

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA
DO RIO DE JANEIRO



Luan Carlos de França Rodrigues

**Estudo de Metodologias para Medição da
Espessura de Depósitos de Parafina por
Ferramenta Ultrassônica**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica

Rio de Janeiro
Março de 2017



Luan Carlos de França Rodrigues

**Estudo de Metodologias para Medição da Espessura de
Depósitos de Parafina por Ferramenta Ultrassônica**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Luis Fernando Alzuguir Azevedo

Coorientador: Dr. Fábio Jessen Werneck de A. Martins

Rio de Janeiro
Março de 2017



Luan Carlos de França Rodrigues

**Estudo de Metodologias para Medição da Espessura de
Depósitos de Parafina por Ferramenta Ultrassônica**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Luis Fernando Alzuguir Azevedo

Orientador
Departamento de Engenharia Mecânica - PUC-Rio

Dr. Fábio Jessen Werneck de A. Martins

Coorientador
Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

Dr. Sérgio Ricardo Kokay Morikawa

Petrobras

Prof. Arthur Martins Barbosa Braga

Departamento de Engenharia Mecânica - PUC-Rio

Prof. Márcio da Silveira Carvalho

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico - PUC-Rio

Rio de Janeiro, 17 de Março de 2017

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização do autor, do orientador e da universidade.

Luan Carlos de França Rodrigues

Graduou-se em Engenharia de Petróleo na Universidade Estácio de Sá – Cabo Frio em 2014.

Ficha Catalográfica

Rodrigues, Luan Carlos de França

Estudo de metodologias para medição da espessura de depósitos de parafina por ferramenta ultrassônica / Luan Carlos de França Rodrigues ; orientador: Luis Fernando Alzuguir Azevedo ; co-orientador: Fábio Jessen Werneck de A. Martins. – 2017.

128 f. : il. color. ; 30 cm

Dissertação (Mestrado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Mecânica, 2017.

Inclui bibliografia

1. Engenharia Mecânica – Teses. 2. Depósitos de parafina. 3. Ultrassom. 4. Medição de espessura. I. Azevedo, Luis Fernando Alzuguir. II. Martins, Fábio Jessen Werneck de A. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDD: 621

Para meus pais, Luiz Vicente e Maria Lúcia,
pela educação e incentivo; e meu filho Rian
por ser minha fonte de inspiração.

Agradecimentos

Quero agradecer especialmente ao meu orientador Prof. Luis Fernando Alzguir Azevedo pelo apoio, paciência, ensinamentos, entusiasmo e empenho na realização deste trabalho.

Agradecer enfaticamente ao meu coorientador Dr. Fábio Jessen Werneck de A. Martins pelo apoio, dedicação e ajuda incessante desde o princípio.

Agradecer ao Prof. Júlio César Adamowski do Departamento de Engenharia Mecatrônica e Sistema Mecânicos da USP pela parceria, ensinamentos e fornecimento do transdutor e eletrônica usados neste trabalho.

À CAPES e à PUC-Rio pelos auxílios concedidos, sem os quais este trabalho não poderia ser realizado.

À Dra. Helena Maria Borja Veiga pelo auxílio desde o projeto da bancada de testes até o processamento de imagens, contribuindo sobremaneira neste projeto.

Ao Prof. Igor Braga de Paula pelo apoio, ensinamentos e contribuição no processamento de sinais.

A todos os amigos do Laboratório de Engenharia de Fluidos da PUC-Rio que ajudaram de diversas maneiras para a realização deste trabalho.

Aos técnicos da oficina que contribuíram na montagem e usinagem.

Aos professores e funcionários do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio pelos ensinamentos e apoio.

Quero agradecer a minha mãe com toda sabedoria da vida para me orientar, me apoiar e me incentivar diante das dificuldades.

Acima de tudo, quero agradecer a Deus por me guiar e me preservar nesta caminhada.

Resumo

Rodrigues, Luan Carlos de França; Azevedo, Luis Fernando Alzuir (Orientador); Martins, Fabio Jessen Werneck de Almeida (Coorientador). **Estudo de Metodologias para Medição da Espessura de Depósito de Parafina por Ferramenta Ultrassônica**. Rio de Janeiro, 2017. 128p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A deposição de parafina no interior de linhas de produção e transporte de petróleo é um dos problemas mais relevantes encontrados na indústria. A troca de calor entre o petróleo escoando nas linhas e o ambiente externo mais frio pode levar à deposição de parafina, causando o bloqueio parcial ou total com graves implicações econômicas. O monitoramento do crescimento dos depósitos no interior das linhas forneceria informação fundamental para a remoção periódica dos depósitos. As técnicas atualmente disponíveis para o monitoramento do crescimento de depósitos são limitadas e oferecem altos níveis de incerteza. No presente trabalho foi conduzido um estudo experimental com o objetivo de avaliar a utilização da técnica de ultrassom para a medição do crescimento de depósitos de parafina em linhas de petróleo. Foram propostos e avaliados quatro métodos de processamento do sinal ultrassônico: (i) reflexão do sinal na interface líquido-depósito, (ii) tempo combinado de propagação da onda nos meios líquido e no depósito, (iii) atenuação da amplitude do eco do sinal ultrassônico após a passagem no depósito, e (iv) atraso do sinal de eco após a passagem no depósito. Uma seção de testes foi especialmente projetada e construída para testes com formação do depósito de parafina de maneira controlada com monitoramento sincronizado entre uma câmera digital e as aquisições de ultrassom. Observou-se nos resultados que, o sinal não exibiu a reflexão na interface solução-depósito, apenas atenuação das amplitudes e redução de seus tempos de propagação, impossibilitando o uso do primeiro método. Os demais métodos obtiveram resultados satisfatórios, quando comparados com as espessuras medidas opticamente, com destaque para o método da atenuação da amplitude do eco, que apresentou potencial para ser utilizado como ferramenta para monitorar a deposição de parafina em linhas de petróleo.

Palavras-chaves

Depósitos de parafina; Ultrassom; Medição de espessura.

Abstract

Rodrigues, Luan Carlos de França; Azevedo, Luis Fernando Alzuguir (Advisor); Martins, Fabio Jessen Werneck de Almeida (Coadvisor). **Study of Ultrasonic Methodologies for Measuring Wax Deposit Thicknesses in Pipelines**. Rio de Janeiro, 2017. 128p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Wax deposits in production and transportation lines is one of the most relevant problems for the industry. The heat exchange from the oil flowing through the lines with the colder outside environment may lead to wax deposition, causing partial or total blockage of the lines with severe economic consequences. The monitoring of the wax deposit growth in the interior of the lines would be a relevant piece of information for operational decisions regarding the frequency of wax removal. The techniques presently available for monitoring wax deposit growth display limited performance and offer high uncertainty levels. The present work conducted an experimental study with the objective of assessing the use of ultrasonic techniques for measuring wax deposit growth in pipelines. Four different techniques were proposed, namely, (i) a technique based on the reflection of the signal at the liquid-deposit interface, (ii) technique based on the combined propagation time of the ultrasound wave in the liquid and deposit phases, (iii) technique based on the amplitude attenuation of the ultrasonic echo after passing through the deposit, and (iv) a technique based on the delay of the ultrasonic echo after passing through the deposit. To this end, a test section was specially designed and constructed, allowing the controlled formation of wax the deposit from different wax solutions, which was monitored by a digital camera synchronized with the ultrasound data acquisitions. The results obtained indicated that, no reflection at the interface was detected, only the attenuation of the echo amplitudes and reduction in propagation time, precluding the use of the first technique. The remaining techniques presented satisfactory results when compared to the optically measured deposit thicknesses. The technique based on the attenuation of the echo amplitude presented to be potential tool to monitor wax deposit in petroleum lines.

Keywords

Wax deposits; Ultrasound; Thickness measurement

Sumário

| | | |
|---------|---|----|
| 1 | Introdução | 16 |
| 2 | Fundamentos Teóricos | 20 |
| 2.1. | Parafina | 21 |
| 2.2. | Deposição de Parafina e Mecanismos de Deposição | 21 |
| 2.3. | Ondas Ultrassônicas | 23 |
| 2.4. | Propagação da Onda Sonora | 23 |
| 2.5. | Equação da Onda | 24 |
| 2.6. | Equação de Estado | 26 |
| 2.7. | Equação da Continuidade | 27 |
| 2.8. | Equação de Euler | 28 |
| 2.9. | Equação Linear da Onda | 28 |
| 2.10. | Impedância Acústica | 29 |
| 2.11. | Incidência da Onda Sônica em Interfaces | 30 |
| 2.12. | Atenuação Acústica | 32 |
| 2.13. | Transdutores Sônicos | 32 |
| 2.14. | Medida do Tempo de Trânsito | 34 |
| 2.14.1. | Medida do Tempo de Trânsito por Métodos Convencionais | 35 |
| 2.14.2. | Medida do Tempo de Trânsito pelo Método da Correlação Cruzada | 38 |
| 3 | Revisão da Literatura | 42 |
| 4 | Montagem e Procedimento Experimental | 52 |
| 4.1. | Descrição Geral da Montagem da Seção de Testes | 52 |
| 4.2. | Simulação Computacional do Campo de Temperatura na Célula de Testes | 54 |
| 4.3. | Célula de Testes | 59 |
| 4.4. | Transdutor Ultrassônico | 62 |
| 4.5. | Unidade de Controle Digital | 63 |
| 4.6. | Caixa Tanque | 64 |
| 4.7. | Sonda de Medição de Temperatura | 65 |
| 4.8. | Banhos Termostáticos | 67 |
| 4.9. | Câmera Digital | 69 |

| | |
|---|-----|
| 4.10. Preparação da Seção de Testes | 70 |
| 4.11. Testes para a Medição de Espessura do Depósito | 73 |
| 5 Métodos para Medição da Espessura do Depósito | 76 |
| 5.1. Detecção de Interface por Reflexão do Sinal | 76 |
| 5.2. Tempo Combinado de Propagação nos Diferentes Meios | 79 |
| 5.3. Atenuação da Amplitude do Eco | 80 |
| 5.4. Atraso do Eco | 81 |
| 5.5. Medição Óptica | 81 |
| 6 Resultados e Discussões | 84 |
| 6.1. Validação da Seção de Testes | 84 |
| 6.2. Caracterização Acústica da Solução de Parafina | 91 |
| 6.3. Medição da Espessura do Depósito através da Detecção de Interface por Reflexão do Sinal | 93 |
| 6.4. Medição da Espessura de Depósito através do Tempo Combinado de Propagação nos Diferentes Meios | 97 |
| 6.5. Medição da Espessura de Depósito através da Atenuação da Amplitude do Eco | 100 |
| 6.6. Medição da Espessura de Depósito através do atraso do Eco | 104 |
| 6.7. Discussões Gerais | 108 |
| 7 Conclusões | 110 |
| 8 Referências Bibliográficas | 114 |
| Apêndice A – Incerteza das Medições | 118 |
| A.1 Incerteza da Medição da Velocidade de Propagação | 120 |
| A.2 Incerteza da Espessura pelo Método de Reflexão do Sinal | 122 |
| A.3 Incerteza da Espessura pelo Método de Tempo Combinado nos Diferentes Meios | 123 |
| A.4 Incerteza da Espessura pelo Método da Atenuação da Amplitude do Eco | 125 |
| A.5 Incerteza da Espessura pelo Método do Atraso do Eco | 126 |
| A.6 Incerteza da Espessura pelo Método Óptico | 127 |

Lista de Figuras

| | |
|---|----|
| Figura 2-1 – Depósito de parafina obstruindo linha de transporte de petróleo (CENPES/PETROBRAS apud Cabanillas, 2006). | 22 |
| Figura 2-2 - Onda longitudinal (Daciuk, 2008). | 24 |
| Figura 2-3 - Onda transversal (Daciuk, 2008). | 24 |
| Figura 2-4 - Reflexão e Transmissão de onda entre dois meios (Santin, 2003). | 31 |
| Figura 2-5 - Transdutor piezoelétrico (PANAMETRICS, 2006) | 33 |
| Figura 2-6 – Desenho esquemático das reflexões para cálculo do tempo de propagação. | 34 |
| Figura 2-7 - Detecção de limiar de tensão (Martinhon, 2007). | 35 |
| Figura 2-8 - Envoltória do sinal e limiar de tensão (Martinhon, 2007). | 36 |
| Figura 2-9 - Tempo de trânsito pela detecção dos picos dos ecos: (a) do sinal; (b) do sinal retificado; e (c) da envoltória do sinal (Martinhon, 2007). | 36 |
| Figura 2-10 - Tempo de trânsito pela detecção de pico de ecos próximos: (a) sinal; (b) sinal retificado; (c) envoltória do sinal (Martinhon, 2007). | 37 |
| Figura 2-11 - Cruzamento com zero nos pontos A e H (Sbalqueiro, 2006). | 37 |
| Figura 2-12 - (a) Correlação cruzada e transformada de Hilbert. (b) Detalhe da região de interesse (Martinhon, 2007). | 40 |
| Figura 2-13 – Pico da função correlação cruzada e pico de seu envelope. Picos coincidem quando $\theta = 0$ e estão deslocados quando $\theta \neq 0$. (Marple, 1999). | 41 |
| Figura 3-1 - Ecos de parafina em óleo cru detectada a diferentes temperaturas (Lionetto et al., 2006). | 46 |
| Figura 3-2 Velocidade sônica e atenuação com a redução da temperatura em óleo cru (Lionetto et al., 2006). | 47 |
| Figura 3-3 – Placa de Aço de 6,55mm com depósito de parafina (Nabeyama, 2015). | 49 |
| Figura 3-4 – (a) Sinais normalizados e com suas envoltórias e (b) diferença entre as envoltórias do sinal em decibel (Nabeyama, 2015). | 50 |

| | |
|--|----|
| Figura 4-1 - Vista esquemática da bancada experimental para ensaios de medição de espessura de depósitos de parafina por ultrassom. | 53 |
| Figura 4-2 - Foto da bancada de testes. | 54 |
| Figura 4-3 – Simetria da bancada no FLUENT. | 55 |
| Figura 4-4 - Simulação computacional do campo de temperatura na seção de testes composta por flanges de aço inox e geometria com entrada lateral do banho térmico. Transdutor ultrassônico fixado no flange inferior. | 57 |
| Figura 4-5 - Simulação computacional do campo de temperatura na seção de testes composta por flanges de aço inox e geometria com entrada inferior do banho térmico. Transdutor ultrassônico fixado no flange superior. | 58 |
| Figura 4-6 – Campo de temperatura na seção de testes, obtida da simulação computacional, para a condição de regime permanente. | 59 |
| Figura 4-7 – Campo de temperatura na célula de testes, obtida da simulação computacional, para a condição de regime permanente. | 59 |
| Figura 4-8 – Vista do flange inferior de acetal. | 60 |
| Figura 4-9 – Vista do flange superior de acetal. | 61 |
| Figura 4-10 - Vista explodida da célula de teste. | 61 |
| Figura 4-11 – Fotografia da célula de testes montada. | 62 |
| Figura 4-12 – (a) Fotografia do transdutor. (b) Vista da posição de inserção do transdutor ultrassônico na célula de teste | 62 |
| Figura 4-13 – Fotografia da Unidade de Controle Digital utilizada. | 63 |
| Figura 4-14 – Tanque para controle de temperatura da célula de testes. | 64 |
| Figura 4-15 – Fotografia da célula de testes montada no tanque. | 65 |
| Figura 4-16 - Termopar em mesa de coordenadas vertical com micrômetro. | 66 |
| Figura 4-17 - Unidade de aquisição e registro de dados, Agilent™, modelo-34970A. | 66 |
| Figura 4-18 – Vista lateral da posição do termopar na célula de testes. | 66 |
| Figura 4-19 - Banho termostático utilizado no controle da temperatura fria dos testes. | 67 |

| | |
|--|----|
| Figura 4-20 – Banho termostático utilizado no controle da temperatura quente dos testes. | 68 |
| Figura 4-21 - Vista geral da bancada testes e banhos termostáticos. | 68 |
| Figura 4-22 – (a) Vista isométrica e (b) vista superior da câmera digital montada sobre mesa de coordenadas. | 69 |
| Figura 4-23 - Câmera digital e seção de testes. | 70 |
| Figura 4-24 - Ilustração da montagem das peças da célula de testes. | 71 |
| Figura 4-25 – Fotografia de bolhas formadas após o enchimento da célula de teste. | 71 |
| Figura 4-26 - Ilustração da inclinação da seção de testes e do deslocamento das bolhas dentro da célula de testes (em azul). | 72 |
| Figura 4-27 - Sinais não processados: (a) sinal saturado e (b) sinal ajustado. | 72 |
| Figura 4-28 – Curva de solubilidade da solução de querosene com percentual em massa de parafina em função da temperatura | 73 |
| Figura 4-29 - Perfil de temperatura da solução de 10% em massa de parafina. | 74 |
| Figura 4-30 - Perfil de temperatura da solução de 20% em massa de parafina. | 75 |
| Figura 5-1 - Sinal com envelope e seleção de janelas (à esquerda) e suas respectivas janelas (à direita). | 77 |
| Figura 5-2 – (a) Máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada, (b) cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada e (c) pico da envoltória da correlação cruzada para água destilada a 30 °C. | 78 |
| Figura 5-3 – Exemplo de FFT do sinal janelado e seu máximo (asterisco vermelho) para a solução de 30% em massa de parafina. | 80 |
| Figura 5-4 – (a) Imagem capturada pela câmera e (b) imagem binarizada. | 82 |
| Figura 5-5 - Ilustração da diferença da fase líquida em imagens binarizadas. | 83 |
| Figura 6-1 - Esquema da reflexão da onda sônica para cálculo do tempo de propagação. | 85 |
| Figura 6-2 - Sinal sônico com água destilada na seção de teste | 85 |
| Figura 6-3 - Esquema em detalhe das multi-reflexões. | 86 |

| | |
|--|----|
| Figura 6-4 - Detalhe das janelas dos pulsos refletidos mostrando a mudança de fase. | 87 |
| Figura 6-5 - Seleção das janelas de interesse | 88 |
| Figura 6-6 - Sinais sônicos em água destilada para as temperaturas de 25, 30, 35, 40 e 45 °C. | 88 |
| Figura 6-7 - Vista em detalhe da influência da temperatura no tempo de trânsito da onda sônica. | 89 |
| Figura 6-8 - Erros na medição da velocidade de propagação da onda sônica na água em relação aos valores da literatura (Kinsler et al., 2000). | 90 |
| Figura 6-9 - Velocidade sônica em água destilada em função da temperatura: comparação de valores da literatura com as medições realizadas utilizando a implementação da envoltória do sinal da correlação cruzada. | 91 |
| Figura 6-10 - Velocidade de propagação da onda sonora em função da temperatura para a solução de 10% em massa de parafina. Fase líquida. | 92 |
| Figura 6-11 - Velocidade de propagação da onda sonora em função da temperatura para a solução de 20% em massa de parafina. Fase líquida. | 92 |
| Figura 6-12 - Velocidade de propagação da onda sonora em função da temperatura para a solução de 30% em massa de parafina. Fase líquida. | 92 |
| Figura 6-13 - Velocidade de propagação da onda sonora no depósito em função da temperatura para a solução de 20% em massa de parafina. Fase sólida. | 93 |
| Figura 6-14- Velocidade de propagação da onda sonora no depósito em função da temperatura para a solução de 30% em massa de parafina. Fase sólida. | 93 |
| Figura 6-15 - Sinal sem e com depósito de 52% e 100% do tamanho da célula de testes para uma solução com concentração de 10% em massa de parafina. | 94 |
| Figura 6-16 - Ampliação da janela da Figura 6-7. | 95 |
| Figura 6-17 – (a) depósito ocupando 52% do tamanho da célula. (b) depósito ocupando 100% do tamanho da célula de testes | 95 |
| Figura 6-18 - Sinal sônico em solução de 20% em massa de parafina durante formação de depósito. | 96 |

| | |
|---|-----|
| Figura 6-19 - Sinal sônico em solução de 30% em massa de parafina durante formação de depósito. | 96 |
| Figura 6-20 – (a) Atenuação do sinal na cavidade sem depósito (0 mm) e com 10 mm de depósito, para solução com 30% de parafina. (b) Ampliação da janela do sinal. | 97 |
| Figura 6-21 - Depósito de parafina com interface no meio da célula. | 98 |
| Figura 6-22 - Seleção de janelas no sinal capturado com a espessura no meio da câmara de testes. | 99 |
| Figura 6-23 - Máximo da amplitude da FFT do sinal janelado em função da espessura do depósito para diferentes realizações de testes utilizando a solução de 30% em massa de parafina. | 101 |
| Figura 6-24 - Curva de atenuação das duas reflexões para o teste 1 com 30% de concentração de parafina em massa. (a) Valores normalizados pela amplitude da FFT do sinal janelado sem depósito e (b) amplitudes normalizadas do segundo eco divididas por dois. | 102 |
| Figura 6-25 - Curva de ajuste da espessura em função do máximo da FFT do sinal janelado. | 102 |
| Figura 6-26 - Espessuras do depósito pela atenuação do eco comparadas às medidas opticamente. | 103 |
| Figura 6-27 - Curvas de atraso do primeiro eco do sinal em relação à espessura do depósito. | 105 |
| Figura 6-28 - Seleção dos dois ecos refletidos no flange inferior no sinal sônico para a solução com 30% em massa de parafina. | 105 |
| Figura 6-29 – Metade do atraso do 2º eco sobreposto ao atraso do 1º eco do sinal referente à Figura 6-28. | 106 |
| Figura 6-30 - Curva de ajuste do atraso no tempo em relação à espessura. | 106 |
| Figura 6-31 - Espessuras do depósito pelo atraso do eco comparadas às medidas opticamente. | 107 |
| Figura 6-32 - Erro percentual dos métodos propostos com relação a medida de referência. | 109 |

Lista de Tabelas

| | |
|--|-----|
| Tabela 2.1 - Propriedades Acústicas de Líquidos | 30 |
| Tabela 4.1 – Propriedades termofísicas usadas na simulação. | 56 |
| Tabela 6.1 - Velocidades sônica em água destilada. | 89 |
| Tabela 6.2 - Velocidades de propagação na fase sólida para a solução de 30% em massa de parafina. | 98 |
| Tabela 6.3 - Velocidades de propagação na fase líquida para a solução de 30% em massa de parafina. | 98 |
| Tabela 6.4 - Espessuras do depósito medidas pelo método do tempo combinado comparadas às medidas pelo método óptico. | 100 |
| Tabela 6.5 - Espessuras do depósito medidas pelo método do máximo da FFT do sinal janelado comparadas às medidas pelo método óptico. | 104 |
| Tabela 6.6 - Espessuras do depósito medidas pelo método do atraso do eco comparadas às medidas pelo método óptico. | 108 |
| Tabela A.1 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em água destilada. | 121 |
| Tabela A.2 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em solução com 10% em massa de parafina. | 121 |
| Tabela A.3 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em solução com 20% em massa de parafina. | 121 |
| Tabela A.4 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em solução com 30% em massa de parafina. | 122 |
| Tabela A.5 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica no depósito em solução com 30% em massa de parafina. | 122 |
| Tabela A.6 - Incerteza relativa da espessura do depósito de parafina medida pelo método do tempo combinado nos diferentes meios. | 125 |
| Tabela A.7 - Incerteza relativa da espessura do depósito de parafina medida pelo método da atenuação da amplitude do eco. | 126 |
| Tabela A.8 - Incerteza relativa da espessura de depósitos de parafina medida pelo método do atraso do eco. | 127 |
| Tabela A.9 - Incerteza relativa das medidas de espessura pelo método óptico. | 128 |

1 Introdução

O petróleo tem sido um recurso natural muito utilizado em função da possibilidade de emprego como combustível para geração de eletricidade e uso veicular, além de servir como matéria-prima para uma infinidade de produtos industriais. O petróleo é um composto viscoso de carbono e hidrogênio (hidrocarbonetos alifáticos, alicíclicos e aromáticos) com pequenas porções de oxigênio, nitrogênio e enxofre, de coloração que varia entre o negro e o âmbar, e menos denso que a água. O petróleo pode ocorrer no estado sólido, conhecido como asfalto, no estado líquido, denominado de óleo cru, e no estado gasoso, como gás natural (Gurgel et al., 2013).

Em 2015 o consumo mundial de petróleo foi de 95 milhões de barris por dia, estando o Brasil em quinto lugar no *ranking* de maiores consumidores com 3,2 milhões de barris por dia. Muitas das bacias sedimentares de onde se exploram esse recurso se encontram em costa marítima (*offshore*). Somente no Brasil, em 2015, produziu-se uma média de 2,3 milhões de barris de petróleo por dia, tendo a produção em mar correspondido a 93,4% do total (Anuário Estatístico ANP-2016).

A produção *offshore* de petróleo enfrenta problemas operacionais relacionados à troca de calor do óleo no interior das linhas de produção com a água fria do mar. Estes problemas são potencializados quando a extração de óleo se dá em águas profundas e ultraprofundas. O óleo que escoar nas linhas é constituído por uma imensa família de hidrocarbonetos, cada um com uma condição físico-química particular e ocasionalmente alguns hidrocarbonetos se depositam nas paredes das linhas de produção quando o óleo perde calor, formando depósitos de parafina.

Em águas profundas a água pode apresentar temperatura próxima a 4°C, favorecendo a deposição de frações de alto peso molecular, causando bloqueio parcial ou total da linha quando o petróleo escoar sob estas condições. Segundo Huang et al. (2011), nos casos de interrupção de produção para substituição de partes do duto por excesso de parafina depositada, o custo envolvido devido à inatividade e a troca de dutos é estimado em US\$ 30.000.000,00, enquanto nos casos

mais graves, em que haja a necessidade abandono total das instalações, estima-se um custo da ordem de U\$100.000.000,00.

Para a indústria do petróleo, portanto, este é um problema com implicações econômicas significativas. Assim, técnicas de controle e monitoramento são empregadas, não só para minimizar as perdas de potência no bombeio e auxiliar numa rotina de remoção dos depósitos, mas, sobretudo, para evitar situações de custos expressivos como os reportados por Huang et al. (2011).

Atualmente, a rotina de manutenção mais empregada é a remoção dos depósitos de parafina com passagem de uma ferramenta chamada *Pipeline Inspection Gauge* (PIG) que remove mecanicamente estes depósitos. Ainda que seja conveniente o emprego deste dispositivo, sua utilização está associada à parada ou redução de vazão da linha, causando prejuízo à produção. Além disso, a possibilidade de aprisionamento do PIG é um risco potencial que deve ser minimizado.

O monitoramento da evolução espacial e temporal dos depósitos de parafina em linhas de produção e transporte de petróleo contribuiria significativamente para a manutenção do escoamento da produção em níveis aceitáveis, norteando uma rotina mais efetiva de intervenções para remoção dos depósitos.

Diversas técnicas para medição indireta de depósitos de parafina em tubulações têm sido estudadas. Dentre estas, três merecem destaque: a técnica por pulso de pressão (Gudmundsson et al., 2002), que necessita da parada da produção, a técnica de radiografia (Edalati et al., 2006), que tem um custo elevado e limitações na aplicabilidade em campo, e a técnica por pulso de calor (Hoffman et al., 2011), que apresenta dificuldades por demandar muita energia.

Tendo em vista as limitações das técnicas existentes, propõem-se no presente trabalho um estudo da aplicabilidade da técnica de ultrassom para a medição de depósitos de parafina em linhas de petróleo. A técnica de ultrassom é bastante difundida na indústria, apresentando uma série de vantagens quando se trata de equipamentos não intrusivos. Entretanto, apesar de potencialmente ser capaz de fornecer informações sobre a espessura dos depósitos, algumas dificuldades relacionadas às características físicas dos hidrocarbonetos indicam que um estudo mais aprofundado do desempenho desta técnica é necessário.

Alguns estudos encontrados na literatura relacionam-se com tentativas de medição de depósitos de parafina utilizando técnicas de ultrassom as quais não obtiveram resultados satisfatórios. Dentre as técnicas propostas ressaltam-se a correlação cruzada com sinal de referência (Andersen et al., 1997), a análise espectral no domínio do tempo (Gunarathne, 1996 e Christidis et al., 1998), e o método de supressão de ecos (Rommetveit et al., 2011 e Nabeyama, 2015).

A utilização da técnica de ultrassom é amplamente empregada para medir espessura de materiais, apresentando custos relativamente menores quando comparada a outras técnicas existentes no mercado. Essa técnica não utiliza fontes radioativas, apresenta robustez, facilidade de instalação e ainda permite medições não intrusivas.

Por se basear no contraste de impedância acústica entre dois materiais, a técnica proposta apresenta dificuldades na aplicação da detecção de depósitos de parafina. A velocidade do som no depósito de parafina é dependente de sua massa específica e do módulo volumétrico que podem variar com o tempo e com a composição de cada petróleo. Assim, estas variações estão associadas, em princípio, a incertezas elevadas nas medições das espessuras destes depósitos. Além disto, as impedâncias acústicas dos materiais metálicos dos tubos onde a parafina se deposita são muito distintas da impedância da parafina, o que pode causar problemas na medição. Outra dificuldade do método é a pequena diferença de impedância entre o depósito de parafina e o óleo que escoar no interior da linha dificultando a detecção da interface entre o depósito e o óleo.

Como pode se depreender esta breve introdução, o estudo básico sobre o comportamento da técnica de ultrassom na medição de depósitos de parafina é justificável, sendo este o objetivo do presente trabalho.

Para este fim, foram conduzidos experimentos em escala de laboratório para estudar a viabilidade de utilização da técnica do ultrassom para medição de espessuras de depósitos de parafina. Os experimentos incluíram a medição das características de propagação da onda sônica em soluções líquidas de parafina, assim como em depósitos sólidos. Foram testados diferentes métodos para a identificação da interface, sempre os associando com estimativas de suas incertezas experimentais.

A presente dissertação está dividida em seis capítulos. O Capítulo 1 introduz a dissertação mostrando a motivação e o objetivo do trabalho desenvolvido. O Capítulo 2 apresenta uma breve revisão sobre parafina e seus mecanismos de deposição, além de uma revisão dos conceitos de onda ultrassônica e das equações que a definem. O Capítulo 3 é dedicado à revisão da literatura sobre técnicas de medição de depósitos em tubulações da indústria petrolífera usando ferramenta ultrassônica. No Capítulo 4, são apresentados a montagem experimental e os procedimentos experimentais para a validação da seção e para a condução dos testes. O Capítulo 5 apresenta os métodos ultrassônicos e óptico adotados no presente trabalho para estimar as espessuras de depósitos de parafina. No Capítulo 6, os resultados experimentais de cada método proposto para inferir as espessuras do depósito são discutidos. Por fim, no Capítulo 7, são apresentadas as conclusões do trabalho.

2 Fundamentos Teóricos

A presença de depósitos de parafina nas paredes internas das tubulações é um problema complexo, caro para indústria petrolífera e extremamente recorrente. Métodos preventivos têm sido estudados, dentre eles o aquecimento de linhas por meio da circulação de fluido quente no espaço anular (Fleyfel et al., 2004) ou eletricamente (Halvorsen et al., 2000), o emprego de campos magnéticos (Rocha et al., 1998) e a aplicação de inibidores químicos (Soni et al., 2008). Outros estudos focam em métodos preditivos. Para isso, utilizam-se de modelos matemáticos para simular as condições específicas de cada caso com objetivo de prever as taxas de deposição de parafina. Por fim, existem os métodos corretivos, dentre eles a remoção mecânica por passagem do PIG (Wang et al., 2001) e a remoção química como o sistema de geração de nitrogênio (De Souza et al., 1999). A remoção mecânica é a mais comum na indústria. No entanto, a sua utilização exige a definição de uma frequência de limpeza conveniente, pois requer a parada de produção, resultando em perdas econômicas.

Uma informação de grande valia para direcionar as ações de correção, bem como auxiliar nos estudos preditivos e preventivos, é a medida da espessura do depósito, sua taxa de crescimento e distribuição espacial ao longo do duto. Neste sentido, a utilização de ferramentas para medir em campo, sob condições severas de operação, a espessura de depósitos de parafina em dutos tem sido alvo de pesquisa. Nesse contexto, as técnicas de ultrassom apresentam-se como uma alternativa de interesse, uma vez que é uma tecnologia já dominada em outras aplicações e de custo relativamente baixo quando comparada a outros métodos.

Neste capítulo será apresentada uma breve descrição sobre o fenômeno da deposição de parafina em dutos seguida de uma revisão concisa dos fenômenos associados à propagação de ondas e sua utilização na determinação de propriedades de materiais.

2.1. Parafina

O petróleo bruto é constituído por uma mistura de compostos químicos orgânicos denominados de hidrocarbonetos com alta concentração de carbono e hidrogênio em sua estrutura. Os hidrocarbonetos podem ser classificados em saturados, insaturados e aromáticos. Os saturados são também chamados de alcanos ou parafinas (Thomas et al., 1996).

A parafina consiste principalmente de hidrocarbonetos na faixa de C_{18} a C_{36} , embora também sejam encontrados no petróleo cru compostos compreendidos na faixa de C_{30} a C_{60} . Estes hidrocarbonetos são conhecidos como ceras e hidrocarbonetos naftênicos. Essas parafinas, dependendo das condições de temperatura e pressão, podem estar presentes nos estados sólido, líquido ou gasoso (Barbosa, 2003).

2.2. Deposição de Parafina e Mecanismos de Deposição

Devido às condições termodinâmicas que prevalecem normalmente nos reservatórios, as parafinas de mais alto peso molecular encontram-se diluídas na fase líquida do petróleo bruto. À medida que o petróleo é produzido pelo poço e escoado pelas linhas de produção no leito marinho, a perda de calor para o ambiente marinho mais frio leva ao seu resfriamento. Como a solubilidade das parafinas decresce com a temperatura, quando uma temperatura limite é atingida, as frações mais pesadas saem de solução podendo formar depósitos nas paredes da tubulação. Esta temperatura crítica é denominada TIAC – temperatura inicial de aparecimento de cristais. A Figura 2-1 apresenta uma fotografia de um exemplo de depósito de parafina obstruindo uma linha de transporte de petróleo.



Figura 2-1 – Depósito de parafina obstruindo linha de transporte de petróleo (CENPES/PETROBRAS apud Cabanillas, 2006).

A deposição de parafina em linhas de produção e transporte, objeto de pesquisa em diversos laboratórios no mundo, é um fenômeno complexo e multidisciplinar que envolve termodinâmica de fases, cristalização, mecânica dos fluidos, transferência de calor e massa. Diversos são os mecanismos propostos na literatura como sendo responsáveis pela deposição de parafina, dentre estes ressaltam-se a difusão molecular de parafina em solução, a difusão de Soret, difusão Browniana de cristais, deposição de cristais devido a forças laterais de origem hidrodinâmica, e até mesmo deposição gravitacional (Azevedo e Teixeira, 2003; Aiyejina et al., 2011; Huang et al., 2015).

Em linhas gerais, pode-se dizer que, para determinadas condições termodinâmicas, hidrocarbonetos mais pesados saem de solução na forma de cristais de parafina podendo formar depósitos nas paredes. Estes depósitos apresentam uma estrutura porosa constituída por cristais interconectados com os espaços livres preenchidos por líquido. O crescimento do depósito continua até que a temperatura da interface líquido-depósito atinja a temperatura de mudança de fase da solução. Mesmo quando a espessura do depósito já atingiu sua espessura de regime permanente, processos difusivos permanecem ativos dentro da matriz porosa depósito. Estes processos são responsáveis pela difusão das frações mais leves do petróleo para fora do depósito, deixando-o mais rico nas frações mais pesadas. Este processo, conhecido como envelhecimento do depósito, leva ao seu endurecimento com o tempo, o que ocasiona em dificuldades adicionais na remoção do depósito por processos mecânicos.

Além dos processos descritos, a tensão cisalhante imposta pelo escoamento do petróleo por sobre o depósito pode provocar o arrancamento de partes deste depósito, um fenômeno complexo que deve ser considerado na estimativa final da espessura de parafina depositada em uma dada linha de produção ou transporte.

2.3. Ondas Ultrassônicas

Uma onda mecânica com frequência fundamental superior a 20kHz, acima do espectro audível do ser humano, é denominada como ultrassom. É gerada por uma perturbação em um meio material, normalmente cerâmicas piezoelétricas no caso de transdutores sônicos.

A utilização do ultrassom em ensaios não destrutivos é um dos procedimentos práticos mais utilizados na inspeção de materiais, visando a avaliação de descontinuidades internas e superficiais, a medição de espessura, a avaliação de corrosão, a determinação de propriedades físicas do material, estruturas, tamanho de grãos e constantes elásticas (Caminha, 1987).

2.4. Propagação da Onda Sonora

A propagação de ondas mecânicas em um meio material pode ser feita através de ondas longitudinais ou transversais. Em meios sólidos, os dois tipos de ondas se propagam, enquanto em fluidos apenas a onda longitudinal se propaga.

A propagação ocorre devido às vibrações mecânicas das partículas do meio, ocasionadas pela passagem da onda. Ondas de compressão ou longitudinais ocorrem quando as partículas do meio oscilam na direção da propagação gerando zonas de compressão e rarefação, aproximando-se e distanciando-se umas das outras, como indicado na Figura 2-2.

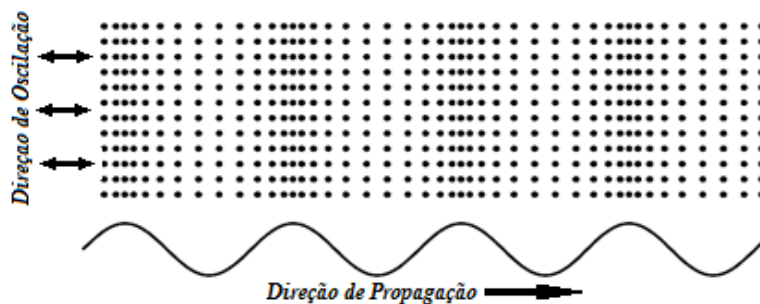


Figura 2-2 - Onda longitudinal (Daciuk, 2008).

Quando as partículas do meio oscilam perpendicularmente em relação à direção de propagação da onda, esta é conhecida como transversal ou de cisalhamento (Figura 2-3).



Figura 2-3 - Onda transversal (Daciuk, 2008).

As forças de restauração, responsáveis pela propagação da onda, são dadas pelas mudanças de pressão que ocorrem quando o fluido é comprimido ou expandido. Elementos individuais do fluido se movem para frente e para trás na direção das forças, produzindo regiões adjacentes de compressão e rarefação como nas ondas longitudinais (Kinsler et al., 2000).

2.5. Equação da Onda

A equação da onda pode ser derivada a partir de três equações básicas, que são a equação de estado, a equação da continuidade e a equação da quantidade de movimento linear na forma simplificada da equação de Euler.

Algumas terminologias para o entendimento serão necessárias:

$$\vec{r} = x\hat{x} + y\hat{y} + z\hat{z} \quad (2.1)$$

Onde \vec{r} é a posição de equilíbrio de um elemento do fluido, e \hat{x} , \hat{y} e \hat{z} são vetores unitários em suas respectivas direções.

$$\vec{\xi} = \xi_x\hat{x} + \xi_y\hat{y} + \xi_z\hat{z} \quad (2.2)$$

Onde $\vec{\xi}$ é o deslocamento da partícula de um elemento de fluido de sua posição de equilíbrio.

$$\vec{u} = \frac{\partial \vec{\xi}}{\partial t} = u_x\hat{x} + u_y\hat{y} + u_z\hat{z} \quad (2.3)$$

Onde \vec{u} é a velocidade da partícula de um elemento de fluido.

$$\vartheta = (\rho - \rho_0)/\rho_0 \quad \therefore \quad \rho_0\vartheta = (\rho - \rho_0) \quad (2.4)$$

Onde ϑ é a condensação em (x, y, z) , ρ é a densidade instantânea em (x, y, z) , ρ_0 é a densidade de equilíbrio em (x, y, z) , e $\rho_0 s$ é a densidade acústica em (x, y, z) .

$$p = \mathcal{P} - \mathcal{P}_0 \quad (2.5)$$

Onde p é a pressão acústica em (x, y, z) , \mathcal{P} é a pressão instantânea em (x, y, z) , \mathcal{P}_0 é a pressão de equilíbrio em (x, y, z) .

$$\vec{u} = \nabla\Phi \quad (2.6)$$

Onde Φ é o potencial de velocidade da onda.

2.6. Equação de Estado

A equação de estado deve relacionar três grandezas físicas para descrever termodinamicamente o que ocorre em um meio fluido. Para um gás perfeito, por exemplo:

$$P = \rho \frac{R}{M} T \quad (2.7)$$

Onde P é a pressão em Pascal, ρ a massa específica em kg/m^3 , T a temperatura em Kelvin, R a constante universal dos gases e M o peso molecular do gás.

Em processos termodinâmicos específicos, simplificações podem ser realizadas. Por exemplo, em casos de materiais de alta condutividade térmica e com capacidade térmica suficiente para que pequenas variações de volume resultem em troca de energia com o meio, permanecendo os dois em temperatura constante. Neste caso, o processo pode ser considerado como isotérmico.

$$\frac{P}{P_0} = \frac{\rho}{\rho_0} \quad (2.8)$$

Processos acústicos são quase *isentropicos* (adiabáticos e reversíveis). A condutividade térmica do fluido e o gradiente de temperatura associados às vibrações são pequenos o suficiente para serem desconsideradas as transferências de energia térmica que ocorrem entre os elementos adjacentes do fluido (Kinsler et al., 2000).

Sob essas condições, a *entropia* do fluido permanece aproximadamente constante. Os processos acústicos do gás perfeito nessas condições podem ser considerados *adiabáticos*.

$$\frac{P}{P_0} = \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^\gamma \quad (2.9)$$

Onde γ é a razão dos calores específicos ou das capacidades térmicas.

Processos adiabáticos são mais complicados em fluidos que não são gases perfeitos, portanto é mais prudente determinar experimentalmente a relação

isentrópica entre as flutuações de pressão e densidade (Kinsler et al., 2000). Estas relações podem ser representadas por expansão em série de Taylor:

$$P = P_0 + \left(\frac{\partial P}{\partial \rho}\right)_{\rho_0} (\rho - \rho_0) + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial^2 P}{\partial \rho^2}\right)_{\rho_0} (\rho - \rho_0)^2 + \dots \quad (2.10)$$

Onde as derivadas parciais são determinadas pela compressão e expansão isentrópica do fluido sob sua densidade de equilíbrio. Se as flutuações forem pequenas, somente os termos de primeira ordem precisam ser mantidos. Assim, uma relação linear entre as flutuações de pressão e de mudanças de densidade pode ser obtida

$$P - P_0 \approx B(\rho - \rho_0)/\rho_0 \quad (2.11)$$

Onde $B = \rho_0(\partial P/\partial \rho)_{\rho_0}$ é o módulo volumétrico adiabático, o qual pode ser escrito em termos de pressão acústica p e condensação acústica ϑ :

$$p \approx B\vartheta \quad (2.12)$$

2.7. Equação da Continuidade

Para ligar o movimento do fluido com sua compressão ou expansão, é necessária uma relação funcional entre a velocidade da partícula \vec{u} e a densidade instantânea ρ (Kinsler et al., 2000). Da equação da continuidade a razão do aumento de massa no volume é $(\partial \rho/\partial t)dV$. O influxo líquido deve ser igual a razão de aumento:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \vec{u}) = 0 \quad (2.13)$$

O segundo termo do lado esquerdo da equação representa o produto de duas variáveis acústicas, a densidade instantânea e a velocidade da partícula. Escrevendo $\rho = \rho_0(1 + \vartheta)$, assumindo a variação de ρ_0 fracamente dependente do tempo e a condensação ϑ muito pequena, a equação da continuidade torna-se:

$$\rho_0 \frac{\partial \vartheta}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho_0 \vec{u}) = 0 \quad (2.14)$$

2.8. Equação de Euler

A equação de Euler representa a segunda lei de Newton para o fluido, desprezando-se os efeitos viscosos.

$$-\nabla P + \vec{g}\rho = \rho \left(\frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \nabla) \vec{u} \right) \quad (2.15)$$

Na equação acima os termos do lado esquerdo representam, respectivamente, as forças de pressão e gravitacional, por unidade de volume. O lado direito representa a massa vezes a aceleração, por unidade de volume. Esta equação não linear exprime a equação de Euler. No caso de ausência de excitação acústica, obtém-se $\nabla P = \nabla p + \vec{g}\rho_0$. Portanto, a eq. (2.15) torna-se:

$$-\frac{1}{\rho_0} \nabla P + \vec{g}\vartheta = (1 + \vartheta) \left(\frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \nabla) \vec{u} \right) \quad (2.16)$$

Assumindo-se que $|\vec{g}\vartheta| \ll |\nabla p|/\rho_0$, $|\vartheta| \ll 1$ e $|(\vec{u} \cdot \nabla) \vec{u}| \ll \left| \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} \right|$, então:

$$\rho_0 \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} = -\nabla p \quad (2.17)$$

Esta representa a equação linear de Euler, válida para processos acústicos de pequena amplitude.

2.9. Equação Linear da Onda

Para obter uma equação diferencial simples com uma única variável dependente, deriva-se a eq. (2.14) no tempo, o divergente da eq. (2.17) e combinam-se essas equações com a eq. (2.12).

Derivando no tempo a eq. (2.14), pois o espaço e o tempo são independentes e ρ_0 não é mais que uma função fraca do tempo:

$$\rho_0 \frac{\partial^2 \vartheta}{\partial t^2} + \nabla \cdot \left(\rho_0 \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} \right) = 0 \quad (2.18)$$

Fazendo o divergente da eq. (2.25):

$$\nabla \cdot \left(\rho_0 \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} \right) = -\nabla^2 p \quad (2.19)$$

Substituindo a eq. (2.19) na eq. (2.18), elimina-se o divergente. Combinando este resultado com a eq. (2.12), onde se infere a condensação como $\vartheta = \frac{p}{B}$, em que B é uma função fracamente dependente do tempo, chega-se à equação da onda, sem perdas, para o som se propagando com velocidade c em um fluido:

$$\nabla^2 p = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 p}{\partial t^2} \quad (2.20)$$

Onde c é a velocidade termodinâmica do som definida como:

$$c^2 = \frac{B}{\rho_0} \quad (2.21)$$

A eq. (2.20) é válida para a propagação da onda em meios com velocidade do som sendo função do espaço, como ocorre nos oceanos e no espaço (Kinsler et al., 2000).

2.10. Impedância Acústica

A impedância acústica específica é a razão entre a pressão acústica com a velocidade da partícula no meio (Kinsler et al., 2000).

$$z = \frac{p}{u} \quad (2.22)$$

Para ondas planas, onde a velocidade da partícula no meio é $u_{\mp} = \pm p / \rho_0 c$, sendo o sinal apenas indicativo de sentido, a razão de impedância acústica torna-se:

$$z = \pm \rho_0 c \quad (2.23)$$

O produto $\rho_0 c$ frequentemente tem mais significado acústico como uma propriedade característica do meio do que ρ_0 ou c individualmente. Por esta razão, $\rho_0 c$ é chamada de *impedância característica* do meio (Kinsler et al., 2000).

Esta propriedade representa a oposição do meio à vibração de suas partículas, durante a propagação de ondas ultrassônicas, e depende de suas propriedades mecânicas. A Tabela 2.1 apresenta a velocidade do som, densidade e impedância acústica de alguns fluidos.

Tabela 2.1 - Propriedades Acústicas de Líquidos

| Fluido | c_0 (km/s) | ρ_0 (kg/m ³) | z (MRayls) |
|---------------------------|--------------|-------------------------------|--------------|
| Benzeno (25°C) | 1,29 | 0,87 | 1,12 |
| Água do mar | 1,53 | 1,02 | 1,56 |
| Água (20 °C) | 1,48 | 1,00 | 1,48 |
| Ar | 0,33 | 0,0013 | 0,00043 |
| Argônio líquido (87 K) | 0,84 | 1,43 | 1,20 |
| Metanol | 1,10 | 0,79 | 0,87 |
| Gálio (30 K) | 2,87 | 6,10 | 17,50 |
| Óleo-SAE 20 | 1,74 | 0,87 | 1,51 |
| Hélio líquido (2 K) | 0,228 | 0,145 | 0,033 |
| Mercúrio | 1,45 | 13,53 | 19,61 |
| Nitrogênio líquido (77 K) | 0,86 | 0,80 | 0,68 |

Fonte: Cheeke (2002).

2.11. Incidência da Onda Sônica em Interfaces

Quando uma onda sônica se propaga e encontra a interface entre dois meios distintos, uma parte da energia da onda incidente é transmitida e outra é refletida conforme ilustrado na Figura 2-4.

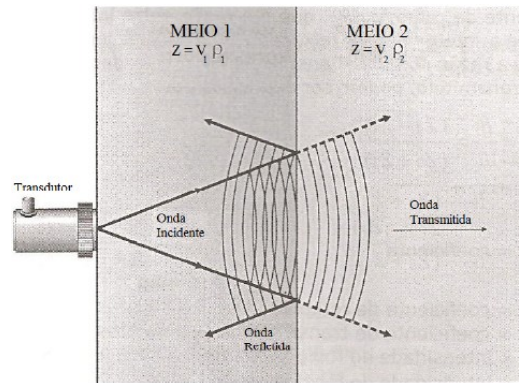


Figura 2-4 - Reflexão e Transmissão de onda entre dois meios (Santin, 2003).

A relação de amplitudes de pressão e intensidades das ondas transmitidas e refletidas com as ondas incidentes, depende das características de impedância acústicas e velocidade do som nos dois meios e do ângulo incidente que a onda faz com a interface (Kinsler et al., 2000).

O coeficiente de transmissão é definido como a relação entre a pressão acústica transmitida e incidente (eq. 2.24) e, analogamente, como o coeficiente de reflexão a relação entre a pressão acústica refletida e incidente (eq. 2.25).

$$\mathcal{T} = \frac{P_t}{P_i} = \frac{2 Z_2}{Z_2 + Z_1} \quad (2.24)$$

$$\mathcal{R} = \frac{P_r}{P_i} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad (2.25)$$

Essa fronteira entre dois meios materiais é chamada de interface acústica, na qual a perda de energia em dB na transmissão de um sinal do meio 1 para o meio 2 é dada pela eq. (2.26) e a perda de energia em dB do sinal de reflexão é dada pela eq. (2.27).

$$dB \text{ loss} = 10 \log_{10} [4Z_1 Z_2 / (Z_1 + Z_2)^2] \quad (2.26)$$

$$dB \text{ loss} = 10 \log_{10} [(Z_2 - Z_1)^2 / (Z_1 + Z_2)^2] \quad (2.27)$$

Essas perdas podem ser tratadas como atenuação resultante das perdas ocasionadas apenas por existir interfaces de impedâncias acústicas diferentes.

2.12. Atenuação Acústica

As atenuações são perdas de energia provocadas por diversos processos que absorvem ou dissipam a energia acústica da onda. As fontes de dissipação podem ser divididas dentro de duas categorias gerais: aquelas intrínsecas ao meio, e aquelas associadas com as fronteiras do meio (Kinsler et al., 2000).

Perdas no meio podem ser subdivididas em três tipos básicos: perdas viscosas, perdas por condução de calor e perdas associadas com processos moleculares internos. Perdas viscosas ocorrem sempre que há movimento relativo entre porções adjacentes do meio. Perdas por condução de calor resultam da condução de energia térmica da compressão do ar de maior temperatura em direção a regiões de menor temperatura. Processos moleculares levam à absorção, incluindo a conversão da energia cinética das moléculas, energia potencial, energia rotacional e vibracional, e energias de associação ou dissociação entre diferentes espécies iônicas e espécies complexas em soluções ionizadas (Kinsler et al., 2000).

Nos líquidos, as perdas, normalmente chamadas de clássicas, são atribuídas à viscosidade e à condutividade térmica (Cheeke, 2002).

Em um sinal de ultrassom, a atenuação pode ser representada através do decaimento exponencial (Cheeke, 2002).

$$p(x) = p_0 e^{-\alpha x} \quad (2.28)$$

Onde $\alpha [m^{-1}]$ é o coeficiente de atenuação, o qual também pode ser expresso em dB/m :

$$\alpha [m^{-1}] = \frac{1}{x} \ln \left(\frac{p(x)}{p_0} \right) \quad (2.29)$$

$$\alpha [dB/m] = 20 \log_{10}(e) \alpha [m^{-1}] \quad (2.30)$$

2.13. Transdutores Sônicos

A geração de onda ultrassônica é possível pela indução de uma perturbação mecânica em meio material. Essa perturbação pode ser gerada de diversas maneiras:

por meio da piezoelectricidade, da magnetostricção, da eletrostricção, do eletromagnetismo, de laser, entre outras formas. Dentre os transdutores, o método da piezoelectricidade é de longe o mais utilizado (Cheeke, 2002).

O transdutor é o principal dispositivo em todas as técnicas e sistemas de ultrassom. Embora existam transdutores com elementos piezoelétricos de cristais, de filmes, de fluoreto de polivinilideno (PVDF) ou de compósitos, a maioria dos transdutores sônicos comerciais são baseados em cerâmicas piezoelétricas.

O transdutor de ultrassom piezoelétrico (Figura 2-5) é um dispositivo constituído de um elemento piezoelétrico que converte a energia elétrica em mecânica, como resposta a uma tensão elétrica, e transforma energia mecânica em elétrica quando recebe deformações físicas. Seu princípio de funcionamento é o efeito piezoelétrico direto e reverso.

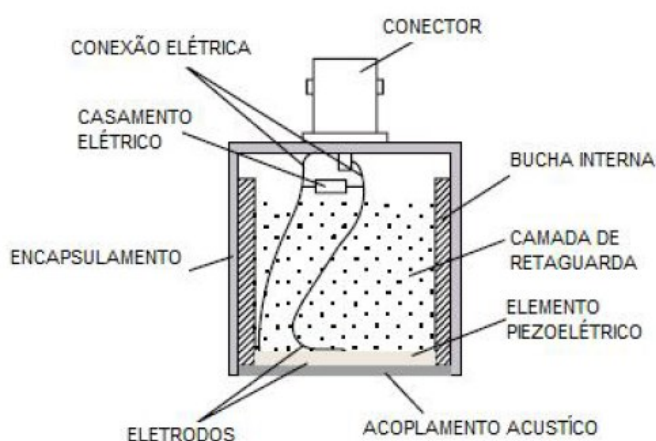


Figura 2-5 - Transdutor piezoelétrico (PANAMETRICS, 2006)

As ondas geradas pelo transdutor propagam-se pelo interior do objeto e interagem com as diferentes estruturas presentes neste objeto, gerando ondas “eco” que são espalhadas e que se propagam em todas as direções, bem como na direção do transdutor emissor. Conhecida a velocidade de propagação da onda naquele meio, buscam-se interpretar os sinais recebidos a diferentes distâncias da face do transdutor (Adamowski, et al., 2004).

O método de onda contínua (ou ressonância) é recomendado para frequências abaixo de 10 MHz, geralmente em regiões onde a atenuação é baixa, enquanto o método pulsado é empregado para frequências de 1 MHz até 10 GHz. O método

pulsado apresenta menores problemas de difração e emprega menores transdutores e células de amostragem (Adamowski et al., 2004).

Em equipamentos com transdutores que operam no modo pulso-eco, este pulso viaja propagando-se no meio material em estudo e quando há uma variação na impedância acústica, ocorrem reflexões que são capturadas pelo transdutor. O tempo entre a transmissão deste pulso e sua recepção é proporcional à distância entre a face do transdutor e a interface geradora do eco, permitindo assim, o mapeamento unidimensional das interfaces na direção de propagação.

2.14. Medida do Tempo de Trânsito

A medida do tempo de trânsito de uma onda até uma dada interface de interesse pode ser determinada por métodos convencionais ou métodos mais elaborados que levam em conta as variações de fase e combinações dos ecos do sinal, minimizando os erros em detrimento de um aumento do custo computacional de processamento. Enquadram-se como métodos convencionais a detecção de nível, de pico e o cruzamento de zero, enquanto classificam-se como métodos avançados os baseados em correlação cruzada (Adamowski et al., 2004; Martinhon, 2007).

De uma forma geral, o tempo de trânsito da onda sônica em um meio material é calculado como o tempo entre duas reflexões consecutivas na interface formada pelo meio através do qual a onda se propaga e a superfície de um meio refletor, conforme Figura 2-6. Nesta figura, a_T está relacionado com o pulso de transmissão do transdutor, a_1 com o 1º eco e a_2 com o 2º eco na superfície do meio refletor.

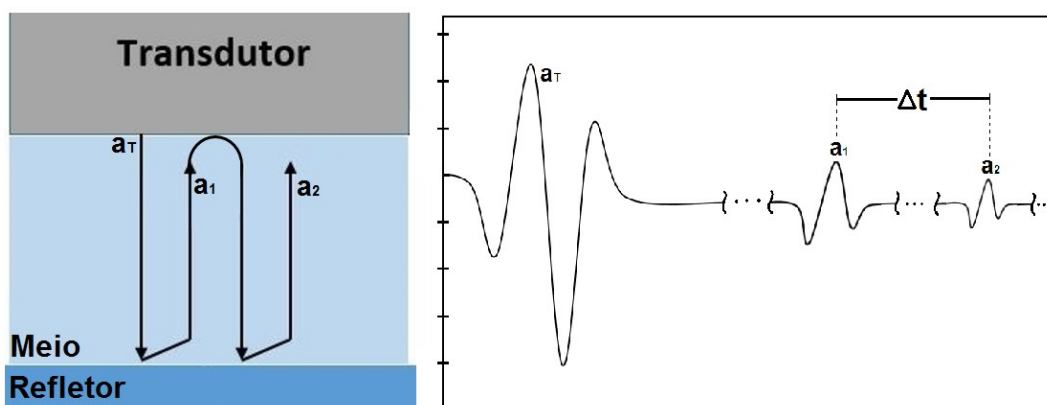


Figura 2-6 – Desenho esquemático das reflexões para cálculo do tempo de propagação.

2.14.1.

Medida do Tempo de Trânsito por Métodos Convencionais

No método de medição de tempo de trânsito baseado no nível da amplitude do sinal, a detecção é feita quando o sinal ultrapassa um determinado limiar de amplitude. Deve-se mencionar que neste método os efeitos da atenuação podem afetar significativamente o resultado (Adamowski et al., 2004). Como indicado na Figura 2-7, os sinais de eco **a** e **b** recebidos pelo receptor são detectados quando os pontos de pico ultrapassam um limiar definido.

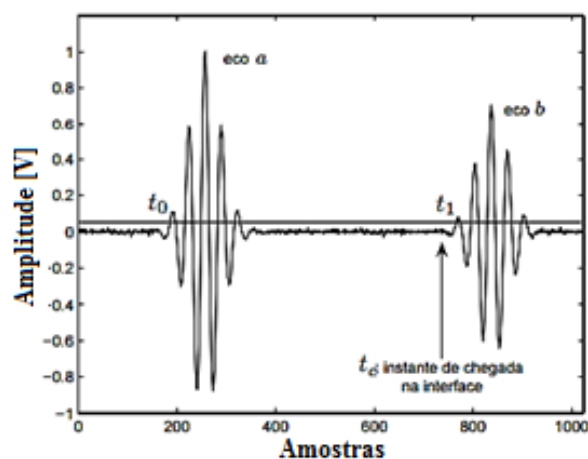


Figura 2-7 - Detecção de limiar de tensão (Martinhon, 2007).

Como mencionado, este método pode apresentar problemas devido à atenuação dos ecos, pois observa-se que para o segundo eco a referência do limiar é encontrada em uma região diferente, como pode ser visto na envoltória do mesmo sinal na Figura 2-8. Nota-se, nesta figura, que o cruzamento dos sinais com o limiar ocorre em pontos muito distintos, pois o eco **a** ocorre próximo dos 20% do pico da envoltória, enquanto o eco **b** ocorre quase no seu topo. Como consequência, gera-se um erro $\Delta t_b = t_1 - t_b$. A solução para contornar este problema seria a redução da tensão de limiar. Porém, níveis baixos poderiam gerar falsas detecções em razão dos ruídos. Já o uso de amplificador logarítmico poderia amplificar os ruídos (Martinhon, 2007).

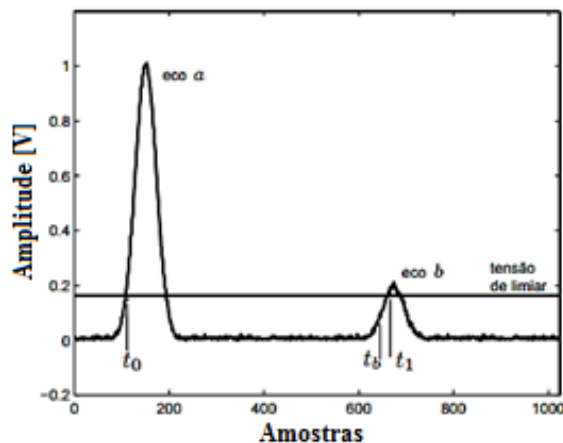


Figura 2-8 - Envolvória do sinal e limiar de tensão (Martinhon, 2007).

A Figura 2-9 exemplifica diferentes implementações de medição de tempo de trânsito pelo método de detecção de pico. O intervalo de tempo é dado pela localização dos picos do sinal, do sinal retificado ou de sua envoltória (Higuti, 1994). Neste, não só os efeitos da atenuação bem como também a frequência pode afetar o método, distorcendo o sinal e a localização do ponto máximo (Adamowski et al., 2004). O método de detecção de pico, quando utilizado com pulsos bem definidos, é mais preciso que o método do limiar. Porém, pode haver uma imprecisão na determinação do instante de pico em razão da derivada nula neste ponto (Martinhon, 2007).

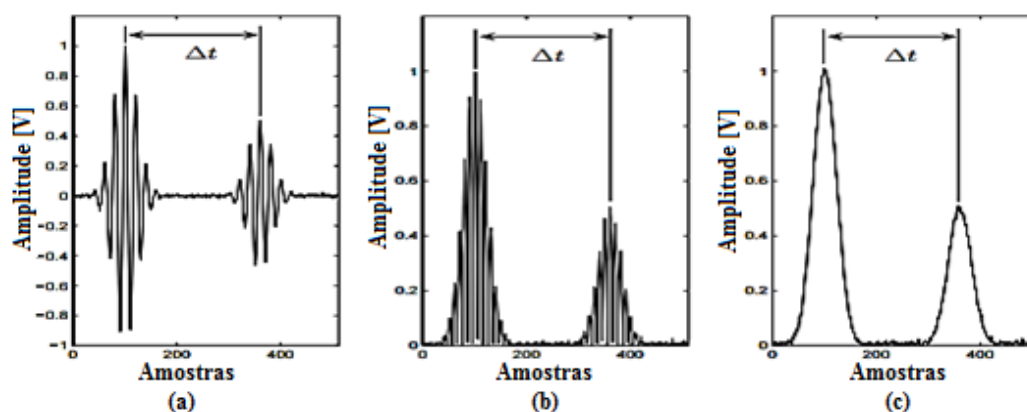


Figura 2-9 - Tempo de trânsito pela detecção dos picos dos ecos: (a) do sinal; (b) do sinal retificado; e (c) da envoltória do sinal (Martinhon, 2007).

Segundo Gammell (1988), o uso da envoltória do sinal permite uma melhor resolução que nos sinais retificados, possibilitando a detecção de sinais com ecos muito próximos, como ilustrado na Figura 2-10.

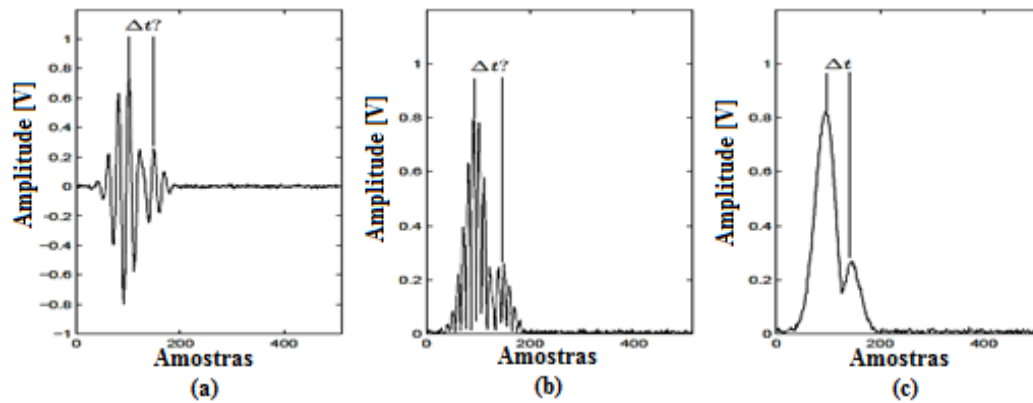


Figura 2-10 - Tempo de trânsito pela detecção de pico de ecos próximos: (a) sinal; (b) sinal retificado; (c) envoltória do sinal (Martinhon, 2007).

No método de medição de tempo de trânsito por cruzamento com zero, mostrado na Figura 2-11, o intervalo de tempo é dado pelo instante de cruzamento com o zero de um determinado ciclo do sinal, podendo ser o ponto posterior ou anterior ao pico. Este método pode apresentar erros nos períodos do sinal devido à dificuldade de determinar qual o cruzamento com zero correto (Adamowski et al., 2004; Sbalqueiro, 2006).

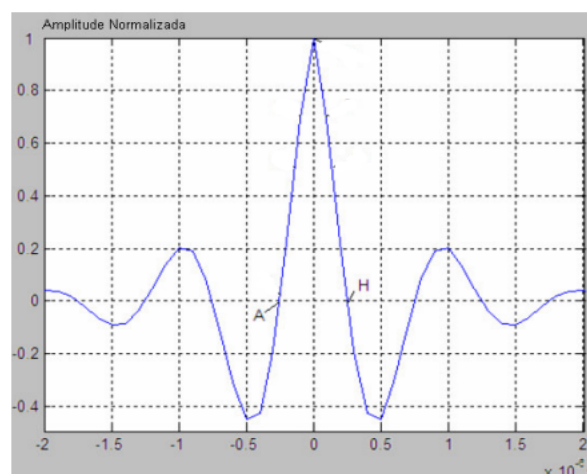


Figura 2-11 - Cruzamento com zero nos pontos A e H (Sbalqueiro, 2006).

2.14.2.

Medida do Tempo de Trânsito pelo Método da Correlação Cruzada

Neste método, o tempo de trânsito é obtido pela avaliação do grau de similaridade entre duas regiões do sinal. Assim, mesmo sendo mais complexo e mais caro computacionalmente, esta operação melhora a estimação do tempo. Por esta razão, é muito empregado em sonares, radares, comunicações digitais, geologia e outras áreas da ciência e engenharia (Proakis & Manolaks, 1996).

Segundo Proakis & Manolakis (1996) a correlação cruzada entre dois sinais pode ser apresentada conforme a eq. (2.39).

$$c_{xy}[l] = \sum_{n=-\infty}^{\infty} x[n] y[n-l], \quad l = \dots, -2, -1, 0, 1, 2, \dots \quad (2.39)$$

Sendo $x[n]$ o sinal transmitido, $y[n]$ o sinal recebido na saída do conversor A/D, onde este último corresponde a uma versão atrasada do sinal transmitido que foi refletido numa interface, e l o índice de unidades no tempo. Sabendo-se que:

$$y[n] = \alpha x(n - \mathcal{A}) + w(n) \quad (2.40)$$

Onde α representa um fator de atenuação de perdas envolvidas na transmissão do sinal $x[n]$, \mathcal{A} é o atraso assumido ser múltiplos inteiro de amostras, e $w(n)$ são ruídos adicionais.

A otimização do cálculo da correlação cruzada pode ser efetuada com o uso da *Transformada de Fourier Discreta* (TFD) ou, aproveitando a eficiência computacional do algoritmo, da *Transformada Rápida de Fourier* (FFT) (Marple, 1999).

O valor máximo da função de correlação cruzada corresponde ao índice de atraso entre os sinais analisados $x[n]$ e $y[n]$ (Higuti, 2010). Além da estimação do atraso através do máximo do módulo da correlação cruzada, outras implementações, visando minimizar o erro de estimação, podem ser utilizadas como as baseadas no cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada e as baseadas no pico da envoltória da correlação cruzada.

A Transformada de Hilbert é dada pela seguinte equação (Cabot, 1981):

$$\hat{x}[n] = x[n] * H_d[n] \quad (2.41)$$

Onde é $x[n]$ a função a se aplicar a transformada e $H_d[n]$ é a própria transformada de Hilbert.

A transformada de Hilbert é frequentemente usada em sistemas de comunicações e processamento de sinais, como na geração de sinais de banda lateral única, processamento de sinal de radar e processamento de sinal de voz (Proakis & Manolakis, 1996). Uma transformada de Hilbert ideal é um filtro passa-tudo que transfere uma mudança de fase de 90° sobre o sinal na sua entrada (Proakis & Manolakis, 1996). A resposta em frequência da transformada de Hilbert ideal é especificada como:

$$H_d(e^{j\omega}) = \begin{cases} -j; & 0 < \omega < \pi \\ j, & -\pi < \omega < 0 \end{cases} \quad (2.42)$$

Da transformada de Hilbert inferem-se as seguintes propriedades fundamentais para estimar o tempo de atraso: a transformada de Hilbert de uma função de autocorrelação é a correlação cruzada entre o sinal e sua própria transformada; a transformada de Hilbert de uma função par é uma função ímpar; e a transformada de Hilbert no instante em que a função de correlação atinge seu máximo é zero (Cabot, 1981; Hignati, 2001).

A Figura 2-12 exemplifica o uso da transformada de Hilbert para determinação do instante em que ocorre o valor máximo da correlação cruzada. O pico da correlação cruzada relaciona-se ao instante onde sua transformada de Hilbert cruza o zero, conforme as propriedades mencionadas anteriormente.

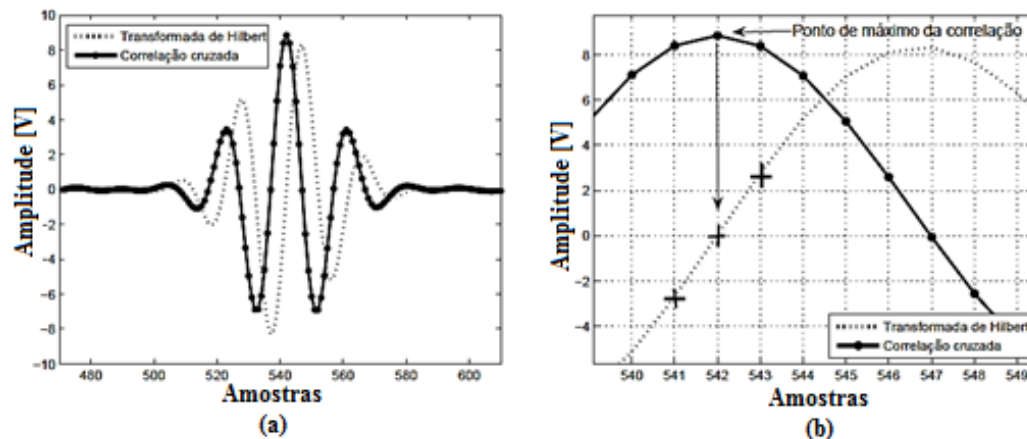


Figura 2-12 - (a) Correlação cruzada e transformada de Hilbert.
(b) Detalhe da região de interesse (Martinhon, 2007).

A envoltória de um sinal é dada por (Martinhon, 2007):

$$x_a(t) = x(t) + j\hat{x}(t) \quad (2.43)$$

Onde $\hat{x}(t)$ é a transformada de Hilbert da função de interesse $x(t)$.

Segundo Marple (1999), o emprego da envoltória do sinal analítico reduz os erros por vícios nas interpolações. Na Figura 2-13 é possível verificar que o máximo da função de correlação cruzada só coincide com o máximo da envoltória quando a fase da função de cos (θ) for igual a zero. Essa coincidência não ocorre quando há uma defasagem de grau, tornando-os deslocados entre si.

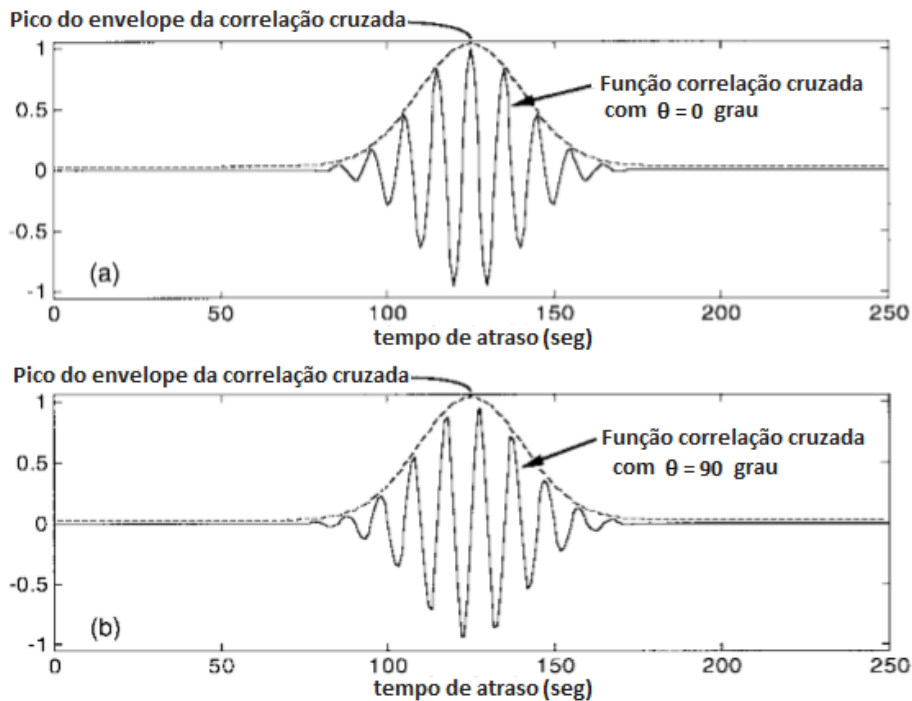


Figura 2-13 – Pico da função correlação cruzada e pico de seu envelope. Picos coincidem quando $\theta = 0$ e estão deslocados quando $\theta \neq 0$. (Marple, 1999).

Segundo as simulações de Martinhon (2007), os vícios da interpolação percebíveis na detecção do máximo da correlação cruzada e no cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação não foram encontrados na envoltória e, para uma relação sinal-ruído de 60dB, o valor médio de vício foi da ordem de 10^{-4} das amostras independentemente da frequência relativa ou da largura de banda. Ainda assim, os vícios na estimação do eco por estes métodos se mostraram menores que os obtidos por meio de métodos convencionais.

3 Revisão da Literatura

Compreender o comportamento de deposições de parafina em tubulações tem sido de interesse de pesquisadores por muito tempo, uma vez que este fenômeno provoca sérios problemas aos processos industriais. Na literatura verificam-se muitos estudos visando entender, simular e prevenir tais deposições.

Alguns métodos têm sido testados por diferentes grupos de pesquisa para medir a deposição de parafina. Existem métodos como pulso de pressão (Gudmundsson et al., 2002), radiografia (Edalati et al., 2006), impulso de calor (Hoffman et al., 2011) e ultrassom (Andersen et al., 1996; Rommetveit, 2011; Nabeyama, 2015). Muitas dessas técnicas apresentam dificuldades operacionais que podem inviabilizar sua utilização na indústria, tais como: necessidade de parada de produção, para aplicação do pulso de pressão; riscos de contaminação por radiação e elevado custo operacional, na utilização da radiografia; elevada potência, no emprego do pulso de calor; características de impedância acústica dos materiais envolvidos, para a utilização do ultrassom.

A medição de espessura dos depósitos de parafinas em dutos de petróleo utilizando o método sônico é bastante complicada, uma vez que existem pequenas diferenças de impedância entre o líquido e o depósito de parafina, e as grandes diferenças de impedância entre os depósitos e os materiais dos tubos. Os metais que compõe o duto apresentam uma impedância acústica muito diferente da impedância observada nos depósitos de parafina, o que resulta num contraste muito acentuado das impedâncias acústicas da interface fluido-depósito quando comparadas à interface depósito-metal. Estudos mostram que as respostas de reflexão sônica da interface metal-depósito de parafina acabam se sobrepondo as respostas da interface entre o depósito de parafina e o fluido.

Com relação a estas características e particularidades, a literatura levantada mostra uma dificuldade na medição da espessura de depósitos de parafina pela técnica de ultrassom em dutos rígidos utilizados na indústria de petróleo. Diante disso, alguns autores têm buscado técnicas que viabilizem o emprego do ultrassom,

não só no sentido de medir a espessura dos depósitos, mas sobretudo, de entender o comportamento da onda sônica nestes materiais.

Kamioka (1994) fez um estudo para entender o comportamento ultrassônico da parafina durante os processos de derretimento e solidificação. O autor colocou em um banho, no qual variou a temperatura de 10 a 80 °C, uma célula transparente que continha a amostra de parafina com TIAC de 45 °C. Em seguida, durante o derretimento, fez medidas ultrassônicas com um transdutor de 1 MHz, ao mesmo tempo que a amostra era fotografada. Seguiu o mesmo procedimento para o processo de solidificação. As velocidades e atenuações foram medidas durante os processos de derretimento e de solidificação. Kamioka (1994) percebeu que mudanças notáveis na velocidade do som e da atenuação foram obtidas próximo ao ponto de início do processo de derretimento e observou que mudanças similares ocorreram próximos ao ponto final de solidificação. O autor concluiu que as mudanças perceptíveis na velocidade do som e na atenuação ocorriam em sólidos devido a uma quantidade microscópica de líquido derretido presente.

Gunarathne (1996) analisou os problemas dos métodos de detecções convencionais que afetavam a confiabilidade das medições de depósitos como incrustações, parafinas e hidratos. O autor apresentou um trabalho que empregava uma nova técnica desenvolvida com o intuito de resolver este problema. Utilizou inspeções ultrassônicas para validar o estudo, propôs reunir um grande número de amostras representativas e criar um banco de dados da junção de várias técnicas para então classificar as informações por meio de um sistema neural. Assim, após a classificação, as propriedades físicas armazenadas poderiam ser usadas. No caso do ultrassom, a velocidade do som e/ou impedância poderia ser usada para estimar a espessura do depósito. Segundo Gunarathne (1996), o pouco uso do método convencional de inspeção ultrassônica empregando *A-scan* é devido a dois problemas: a velocidade do som no possível depósito é uma variável, não sendo conhecida à priori; e o fato dos fracos sinais da interface do depósito serem mascarados pelas fortes reflexões do aço, devido ao alto contraste de impedância acústica entre a parede do tubo e os depósitos.

Ainda no trabalho de Gunarathne (1996), uma expressão matemática foi desenvolvida para representar as múltiplas reflexões dentro de três camadas de interfaces sonda-aço, aço-depósitos e depósitos-óleo. Assim, uma imagem sintética de *A-scan* era gerada e armazenada no computador. Quando uma varredura de um

sinal *A-scan* real fosse realizada, o computador o ajustava até que as características se aproximasse do sintético. Com as curvas baseadas nesta expressão de ajuste, uma mudança no espectro geraria uma nova curva de ajuste do sinal no domínio da frequência bem como novos valores de coeficientes. Percebendo a variação da nova curva com relação à curva ajustada, era aplicada no sinal a transformada inversa de Fourier para se obter o espectro no domínio do tempo que permitia identificar o eco da camada quando sobreposto ao *A-scan* original. O objetivo de Gunarathne (1996) foi apresentar um método de classificação de depósitos em dutos de petróleo, no qual foi utilizado o ultrassom para inferir parâmetros físicos. Com isso, se poderia obter um banco de dados que seria utilizado como entrada no respectivo sistema, afim de montar uma base de conhecimento e uma rede neural padrão para classificação.

Christidis et al. (1998) apresentaram uma técnica de extração de características no domínio do tempo e da frequência, e o método da transformada *wavelet* para detectar incrustações em oleodutos. Esse trabalho é a continuidade do estudo realizado por Gunarathne (1996). A diferença entre os dois trabalhos consiste no fato de que o último usava o sinal sintético como referência para ajustar a curva do sinal real, enquanto Christidis et al. (1998) obtinha informações da comparação das curvas ajustadas do *A-scan* real para momentos antes e posterior da formação do depósito. Obtidas as curvas ajustadas no computador para momentos com a parede do tubo limpa e para o momento do surgimento do depósito, uma análise espectral com a transformada de Fourier de tempo curto era empregada. Assim, segundo Christidis et al. (1998), ficava perceptível a mudança do espectro entre as duas condições do tubo, devido ao crescimento da espessura do depósito, permitindo o seu monitoramento. Com as curvas corrigidas e uma análise espectral, um fator de correlação poderia ser aplicado ao coeficiente de reflexão para avaliar a impedância acústica do depósito com a análise espectral. Dessa forma, era possível realizar um acompanhamento do surgimento do depósito, que após análise era comparado com traços característicos do modelo acústico da base de dados do sistema para identificação do material. No entanto, os resultados eram baseados em ensaios limitados e mais investigações experimentais e matemáticas estavam em progresso (Christidis et al., 1998).

Creek et al. (1999) fizeram um experimento onde utilizaram uma amostra de óleo cru do Golfo do México de 35° API, cuja temperatura de aparecimento de

cristais de parafina era 49 °C. O aparato experimental consistia de um circuito de fluxo em um tubo de 50 m de extensão com 43,4 mm de diâmetro interno, no qual estações de medidas de pressão e temperatura foram posicionadas a cada 5 m. O foco do trabalho foi confirmar se a razão de deposição era diretamente proporcional ao gradiente de temperatura e se a temperatura do óleo também teria efeito na razão de deposição. Portanto, para determinar a magnitude dos depósitos foram utilizadas cinco técnicas: diferença de pressão; balanço de energia baseado na diferença de temperatura; mudança do volume interno da seção de teste (LDLD); tempo de trânsito ultrassônico e medida direta na seção de teste. Medidas de espessura de depósito foram efetuadas para verificar o efeito da diferença de temperatura entre o óleo e a parede do tubo, tanto para fluxo laminar quanto para turbulento. No fim de cada teste, foram analisadas amostras dos depósitos em um cromatógrafo para determinar a fração de óleo no depósito em percentagem de peso de parafina com relação a amostra original. Segundo Creek et al. (1999), a espessura do depósito foi difícil de ser determinada, mesmo com o uso das cinco técnicas, e que os depósitos, para fluxo laminar, continham tipicamente de 80% a 90% de óleo em peso, e sua consistência era de gelatina com cristais de parafina embebidos. Concluíram também que a taxa de deposição era proporcional à diferença de temperatura entre parede do tubo e o óleo, que a taxa de deposição não era tão influenciada pela temperatura inicial do óleo, que a quantidade de óleo presente no depósito de fluxo turbulento era menor que do fluxo laminar, e que a taxa de deposição diminuiu com o aumento da vazão. Os resultados obtidos pelo método ultrassônico não foram discutidos no trabalho de Creek et al. (1999). Os autores salientam que foi utilizado um protótipo baseado na velocidade do som. Portanto, a técnica de processamento do sinal sônico usado para mensurar a espessura do depósito de parafina não foi mencionada.

Zaman et al. (2004) trataram de técnicas de detecção de precipitação em dutos e descreveram as vantagens e desvantagens das mesmas, dentre elas os autores descrevem a técnica do método ultrassônico. O trabalho não foi tão relevante em relação ao ultrassom, mas conclusões preliminares sobre a técnica foram dadas, sobretudo quanto à detecção de parafina em óleo cru. Neste trabalho, Zaman et al. (2004) fizeram um estudo com um scanner portátil ultrassônico, o ultrassom mysono 201. O experimento consistiu na inserção de pedaços de parafina com diferentes pesos em um becker que estava preenchido até 250 mL com os três

fluidos testados: água, óleo cru e óleo de parafina. Com as imagens detectadas na tela do ultrassom e processadas no software PAJANT, obteve-se uma análise quantitativa. Segundo os autores, a incerteza no ultrassom foi alta, pois os tamanhos e formas da parafina variavam muito. Zaman et al. (2004) concluíram que o ultrassom é capaz de detectar partículas muito finas, mesmo na ordem de milímetros e que seu uso para detecção de pedaços sólidos foi bem-sucedido, detectando-os claramente em todos os fluidos testados.

Lionetto et al. (2006) fizeram um estudo usando ultrassom para investigar a solidificação de parafina causada pela cristalização de frações de hidrocarbonetos do petróleo ao se reduzir a temperatura abaixo da TIAC. O óleo usado tinha 6% em massa de parafina, 4% de asfalteno, e TIAC de 31 °C. O método ultrassônico empregado foi de transmissão com um transdutor de 10 MHz de onda longitudinal e recepção com um outro. A distância entre os dois transdutores era de 30 mm onde se inseria a amostra. Esta amostra era aquecida a 50 °C por uma hora antes do início do processo de resfriar até -35 °C na razão de 2 °C/min. Segundo Lionetto et al. (2006), durante o resfriamento, as mudanças nas propriedades físicas do óleo produziam uma variação na resposta acústica, percebida pela forma da amplitude da onda e posição no domínio do tempo. Com a redução da temperatura, ocorria o deslocamento da onda para um menor tempo e redução de sua intensidade conforme Figura 3-1.

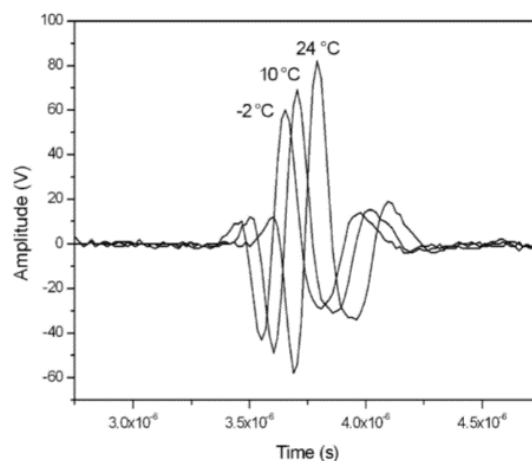


Figura 3-1 - Ecos de parafina em óleo cru detectada a diferentes temperaturas (Lionetto et al., 2006).

Embora Lionetto et al. (2006) não tenham experimentado a técnica ultrassônica para mensurar espessura de depósitos de parafina, seu estudo relata

bem o comportamento da onda sônica em meios com solução parafínica quando resfriada abaixo da TIAC, gerando deposição. Os autores citam que o aumento das propriedades elásticas com a redução da temperatura é responsável pela redução do tempo de propagação da onda, e que a redução da amplitude pode ser entendida como uma dissipação da energia acústica na fase sólida. Os autores relatam ainda que a evolução da velocidade longitudinal da onda no óleo com a temperatura é caracterizada por um crescimento não linear e que, abaixo da TIAC, a rápida formação de múltiplos cristais que se agregam e crescem, aumentando a atenuação como consequência da absorção e espalhamento. A atenuação máxima ocorre com a maior parte das parafinas cristalizadas, tornando-se para a onda como um meio sem interfaces nas fases (Figura 3-2).

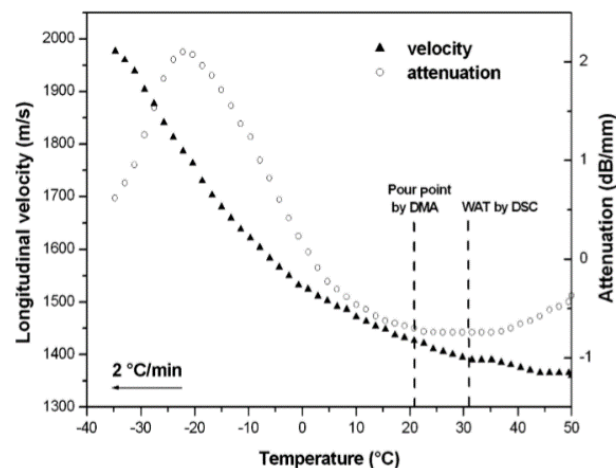


Figura 3-2 Velocidade sônica e atenuação com a redução da temperatura em óleo cru (Lionetto et al., 2006).

Peteineri et al. (2012) apresentaram um método baseado em computador para identificação de depósitos em dutos de petróleo usando medidas ultrassônica. Empregaram uma rede neural artificial para identificar seis tipos de depósitos: parafina, carbonato de cálcio, mármore, sulfato de bário, sulfato de estrôncio e o aço. Estas redes eram programadas em um microcontrolador, no qual se aplicavam formulações empregadas por Gunarathne (1996) e Christidis (1998; 2002) para caracterização de materiais com medidas de ultrassom combinadas com resultados de mais dois métodos diferentes. Peteineri et al. (2012) fizeram trinta e duas medições independentes dos seis materiais citados, a fim de obter um banco de dados com valores de coeficientes da curva e velocidades do som para os

respectivos materiais, os quais serviriam de fonte de correlação para a seleção e definição do material pela rede neural artificial. Portanto, quando um teste era realizado, o computador obtinha do *A-scan* os dados de velocidade do som e dos coeficientes, os quais eram trabalhados pelo computador para se obter, com a rede neural artificial, uma resposta que indicasse a presença de qualquer dos seis materiais. Segundo Peteineri et al. (2012), com esta abordagem, a probabilidade de identificação correta foi de 100% para a parafina, aço, carbonato de cálcio e sulfato de estrôncio. Apesar de ser utilizado o ultrassom, os autores resumiram-se apenas na identificação dos tipos de depósitos em dutos de petróleo não realizando medidas das espessuras destes depósitos.

Andersen et al. (1997) apresentaram um sistema de monitoramento on-line de deposição de sólidos, tais como hidratos, parafina e asfaltenos comumente depositados em tubulações de transporte de fluidos ou produção de poços de petróleo. Testes iniciais foram realizados no centro de pesquisa da Statoil em Trondheim-Noruega em um “loop” de escoamento multifásico de 2” de diâmetro que foi projetado para detectar deposição de hidrato na parede do duto ou mensurar a espessura de uma possível camada de parafina. O sistema era composto de dois transdutores ultrassônicos, montados na parede do duto que operavam no modo pulso-eco em alta frequência (<10MHz). A medida da espessura do depósito de parafina foi calculada com base no atraso do tempo de voo dos ecos das interfaces aço-parafina e parafina-gás, onde a velocidade do som na camada de parafina foi estimada e não exata. Seu estudo utilizou a técnica de correlação cruzada do sinal recebido com o sinal de eco de referência pré-definido, implementada no software para calcular o tempo de trânsito, onde ruídos eram fortemente suprimidos. Segundo Andersen et al. (1997), com o atual arranjo, os testes iniciais indicaram uma espessura mínima detectável de aproximadamente 0,25mm com escolha da frequência e do processamento de sinal. Era esperada uma incerteza total de 10 a 15% na medida da espessura da camada de parafina, pois dependia não somente da precisão da medida do tempo de trânsito da onda sônica, mas sobretudo, do conhecimento consistente da velocidade do som na camada de parafina.

Rommetveit (2011) desenvolveu dois modelos do mesmo transdutor multicamada anexados ao aço que tinham suas medições comparadas, apesar de serem conceitualmente diferentes. A proposta era suprimir as fortes reverberações e isolar o sinal de eco da parafina no aço para validação teórica e experimental de

uma metodologia ultrassônica. Esta metodologia empregava modelos matemáticos e a inversão, na qual era dada uma propriedade acústica da parafina e a outra propriedade poderia ser estimada. Foi modelada através de elementos finitos uma estrutura multicamada com um elemento piezoelétrico. Segundo Rommetveit (2011), pela combinação da modelagem deste elemento com um modelo de circuito elétrico transceptor, seria possível, dado um pulso elétrico de transmissão, simular a tensão recebida. Com a modelagem dos sinais das camadas e isolando o sinal fraco da camada de parafina através do aço, comparavam-se as medições nos modelos elétrico e elementos finitos, obtendo-se o aumento do contraste de impedância entre essas camadas. Uma alteração na resposta do transdutor em relação aos modelos poderia ser então atribuída aos parâmetros piezoelétricos, bem como as mudanças de temperatura ou a espessura de camada. Ainda segundo Rommetveit (2011), até três parâmetros (atenuação, impedância e tempo de trânsito da onda) podiam ser achados simultaneamente da camada de parafina. Neste método, dado um parâmetro como a densidade, velocidade do som ou espessura, os outros dois poderiam ser estimados junto ao parâmetro da atenuação.

Nabeyama (2015) realizou testes experimentais com amostra de parafina com três espessuras diferentes sobreposta em placas de Aço 1020 de três espessuras distintas. Estas placas, com a camada de parafina em sua superfície, foram submersas sequencialmente em meios fluidos como o ar, óleo USP, óleo Singer® e petróleo. O objetivo de seu experimento era realizar detecção de parafina depositada sobre a superfície metálica por meio da tecnologia ultrassônica. A camada de parafina depositada sobre as placas de aço (Figura 3-3) tinha sua espessura medida diretamente pelo emprego de um micrômetro para comparação com as medições obtidas pelo método ultrassônico.

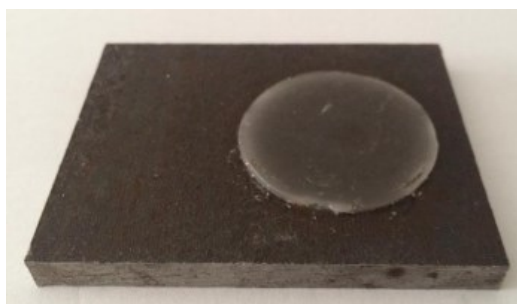


Figura 3-3 – Placa de Aço de 6,55mm com depósito de parafina (Nabeyama, 2015).

Com os dados ultrassônicos obtidos, Nabeyama (2015) aplicou a técnica da supressão de ecos para detecção do depósito de parafina, devido ao fato do eco da interface parafina-meio ser muito pequeno. Esta supressão consistia da subtração do sinal de eco completo da amostra (tensão do eco da interface aço-parafina somado à tensão do eco parafina-meio) pelo sinal de eco de referência (tensão do eco de retorno da interface aço-meio sem parafina), restando apenas o eco da parafina-meio. O autor aplicou a envoltória nos dois sinais (Figura 3-4a) e depois a diferença das envoltórias (Figura 3-4b) para localizar o eco correspondente à interface parafina-meio. A amplitude é mostrada em decibel nesta figura para evidenciar a diferença entre os picos.

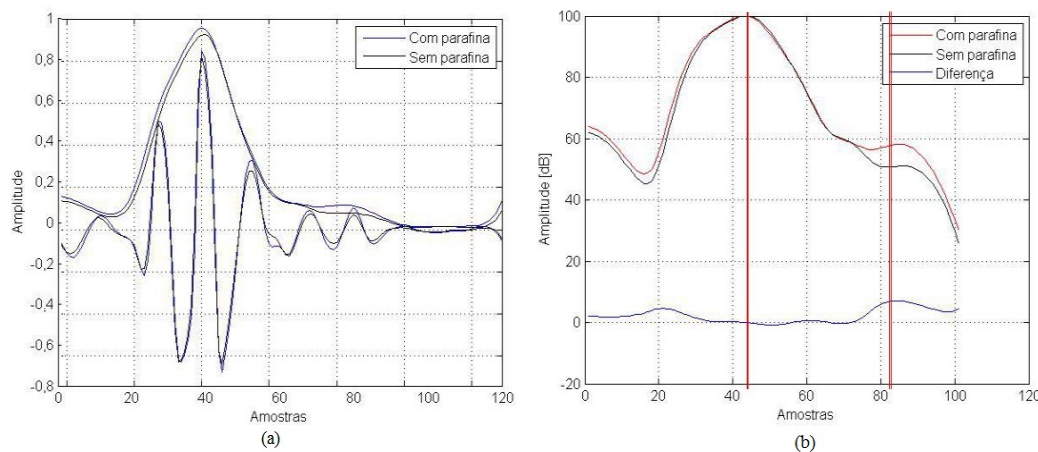


Figura 3-4 – (a) Sinais normalizados e com suas envoltórias e (b) diferença entre as envoltórias do sinal em decibel (Nabeyama, 2015).

Segundo Nabeyama (2015), os resultados mostraram uma dificuldade na medida de espessura do depósito de parafina sobre o aço, tornando o experimento complexo devido às diferenças de propriedades acústicas do aço e parafina. Também mencionou que a incerteza destas medidas era dependente do meio material em contato com a parafina, pois aumentava a reflexão desta interface. O autor afirmou também que as medidas feitas pelo método de supressão de ecos foram satisfatórias e que apresentaram valores de espessura de depósitos de parafina bem próximos daqueles medidos pelo micrômetro. Os valores de incerteza reportados indicaram que esta técnica poderia ser utilizada mesmo para a detecção de depósitos de parafina pouco espessos.

A revisão bibliográfica apresentada mostrou uma lacuna de conhecimento fundamental a respeito da caracterização sônica de soluções parafínicas, sobretudo

do comportamento ultrassônico nas interfaces entre as fases da amostra. Métodos para medição de espessuras de depósitos através da identificação da interface, de forma direta ou indireta, por meio da reflexão da onda sônica não estão bem estabelecidos na literatura. Portanto, o presente trabalho tenta contribuir para o avanço do uso de ultrassom na medição de deposição de parafina em linhas de petróleo de forma não intrusiva.

4 Montagem e Procedimento Experimental

Os experimentos realizados tinham como objetivo estudar a viabilidade do uso de técnicas de ultrassom para medição de depósitos de parafina. Para isso, foi especialmente projetada uma seção de testes que permitisse a formação de depósitos de parafina sob condições controladas e possibilitasse a visualização e medição dos depósitos por meio óptico para fins de comparação com as medições por ultrassom.

A experiência prévia do Laboratório de Engenharia de Fluidos da PUC-Rio em montagem de experimentos de deposição de parafina com acesso óptico, indicava que o resfriamento da parede lateral poderia comprometer a visualização do interior da seção de testes. Por esta razão, o projeto da seção de testes foi realizado com base em simulações computacionais detalhadas do campo de temperatura em seus diversos componentes. Os resultados das simulações numéricas serão apresentados neste capítulo.

4.1. Descrição Geral da Montagem da Seção de Testes

A Figura 4-1 apresenta uma vista geral da montagem experimental utilizada nos ensaios. A parte principal da montagem experimental era a célula de testes onde foram produzidos os depósitos de parafina. A célula de testes, de formato cilíndrico, era constituída por dois flanges circulares horizontais montados em um tubo curto de acrílico. As dimensões internas da célula eram 63,5 x 15,5 mm (diâmetro x altura). A solução de parafina era mantida no interior do tubo de acrílico e selada pelos dois flanges horizontais. Pelo interior do flange inferior circulava água proveniente de um banho termostático. Quando água fria era bombeada pelo interior do flange, um depósito de parafina formava-se sobre a superfície do flange, ocupando parte da cavidade circular. O crescimento do depósito podia ser observado pelo exterior da célula, sendo medido com a utilização de uma câmera digital. A célula era montada em um tanque cúbico contendo água mantida em

temperatura acima da temperatura de formação dos depósitos de parafina, TIAC. Um banho termostático mantinha a temperatura do tanque controlada, fazendo com que a temperatura do flange superior ficasse acima daquela do flange inferior. Dessa forma, um gradiente de temperatura controlado era estabelecido entre as paredes inferior e superior, o que permitia manter a interface depósito-líquido na posição desejada.

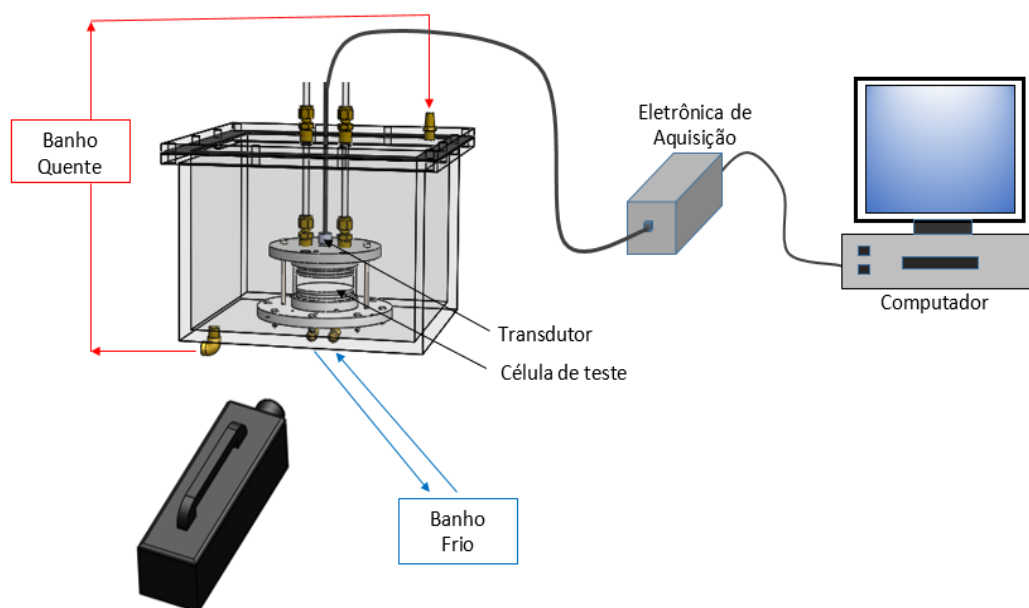


Figura 4-1 - Vista esquemática da bancada experimental para ensaios de medição de espessura de depósitos de parafina por ultrassom.

Um transdutor de ultrassom cilíndrico foi instalado na parede superior da célula, no centro do flange. As medições provenientes do transdutor eram realizadas a partir da propagação da onda pela fase líquida, até encontrar o flange inferior. As leituras do transdutor de ultrassom eram transferidas para um computador, após processamento em circuito eletrônico dedicado a esta tarefa. A Figura 4-2 apresenta uma foto da seção de testes montada.

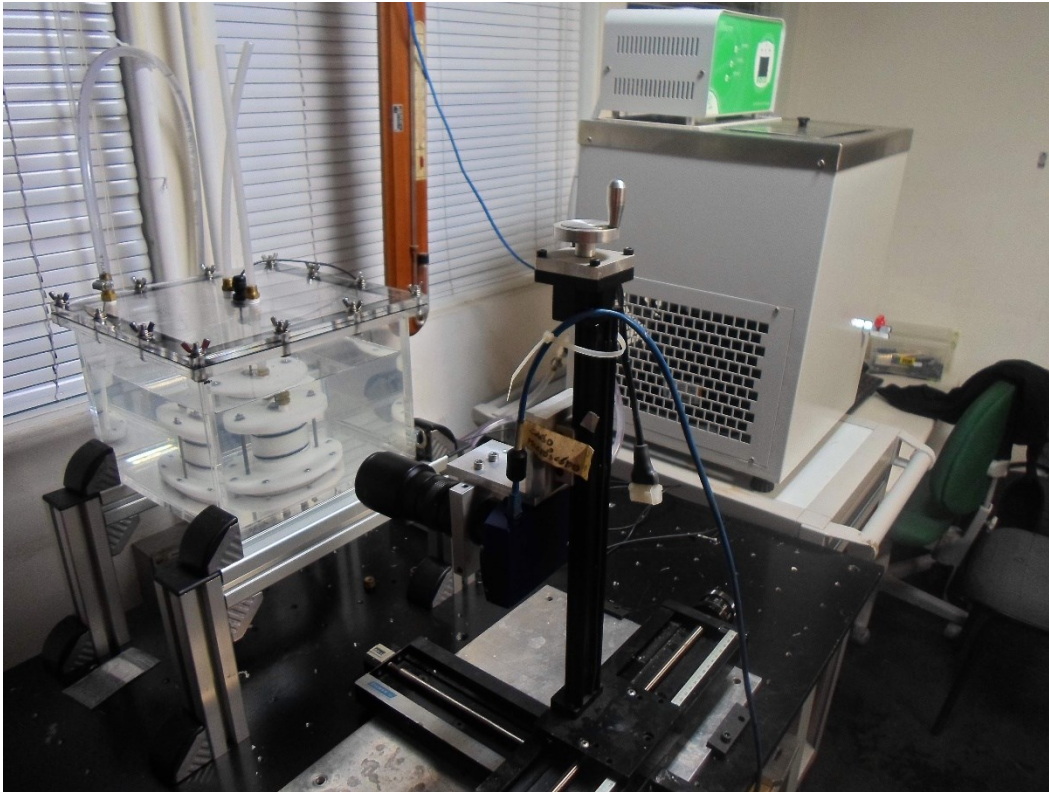


Figura 4-2 - Foto da bancada de testes.

Antes da descrição detalhada dos componentes da seção de testes, será apresentada, na próxima seção, uma descrição dos estudos computacionais conduzidos que guiaram o projeto da célula.

4.2. Simulação Computacional do Campo de Temperatura na Célula de Testes

Como já mencionado anteriormente, a experiência prévia com testes envolvendo deposição de parafina em células transparentes mostrou que o contato térmico entre a superfície resfriada, no presente caso o flange inferior, e a parede transparente, poderia levar à formação de depósitos indesejáveis nessa superfície. Os depósitos formados na parede transparente impediriam a visualização da deposição de parafina que ocorria no interior da célula. Assim, era fundamental que a construção da célula de testes fosse precedida por um detalhado estudo do campo de temperatura em seus componentes.

O projeto inicial da célula de testes foi modelado computacionalmente através do programa comercial ANSYS Fluent[®]. Usualmente, em modelagens numéricas, uma geometria simplificada é utilizada para reduzir o custo computacional, preservando, no entanto, as principais características do problema. Portanto, para a presente simulação, foi assumida uma geometria simétrica, considerando apenas os furos de entrada dos banhos de refrigeração e aquecimento. A Figura 4-3 apresenta uma vista do domínio computacional usado nas simulações. O tanque de acrílico foi preenchido com água aquecida. Água fria era injetada por um dos furos na base do flange inferior. A célula de testes foi simulada contendo um fluido com propriedades semelhantes às da solução de parafina que seria utilizada nos testes experimentais.

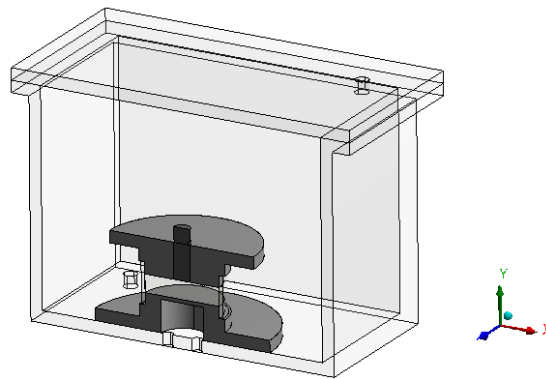


Figura 4-3 – Simetria da bancada no FLUENT.

Como o problema a ser simulado é considerado de baixa complexidade, foram usadas as condições padrão do FLUENT. Não serão apresentados aqui os detalhes das soluções das equações de conservação de massa, quantidade de movimento, e energia implementados no programa. Na solução do problema pelo método de volumes finitos foi utilizado o algoritmo *Pressure-Based Coupled Solver*, discretização pelo esquema de interpolação *upwind* de segunda ordem, interpolação de pressão pelo esquema *standard*. O modelo de turbulência *K-epsilon* foi selecionado para modelar o escoamento turbulento da água de refrigeração no interior do flange. O algoritmo PISO foi empregado no acoplamento entre as equações de conservação de massa e quantidade de movimento. Apesar do fenômeno de deposição de parafina envolver transferência de massa e mudança de fase, na simulação realizada julgou-se suficiente a solução de um problema

puramente térmico envolvendo um fluido monofásico. Assim, a posição da interface do depósito dentro da célula era obtida pela posição da isoterma correspondente à TIAC da solução utilizada. Resultados anteriores obtidos em nosso grupo de pesquisa em relação à modelagem do fenômeno de deposição de parafina indicam que esta simplificação apresenta bons resultados para problemas que não envolvem o escoamento forçado da solução, como era o caso do presente estudo onde a solução está confinada em uma célula fechada.

Nas simulações, foram testados diferentes materiais para os flanges e o tubo transparente que compõem a célula de testes. Estes testes tinham como objetivo obter os campos de temperatura mais favoráveis aos ensaios. A Tabela 4.1 apresenta as propriedades de alguns materiais testados. Para a confecção do flange foram testados aço inox, um material condutor de calor, e acetal, um material com menor condutividade térmica. Para a parede cilíndrica da célula foi utilizado sempre o acrílico. A água no interior do tanque envolvendo a célula de testes foi mantida a 40°C. A água de refrigeração era bombeada para o interior do flange inferior a uma temperatura de 4°C, e com uma velocidade média de 2,5 m/s, através de uma entrada com 0,3 cm² de área transversal. A água quente era injetada no tanque com uma velocidade de 1 m/s através de uma abertura com 0,5 cm² de área transversal.

Tabela 4.1 – Propriedades termofísicas usadas na simulação.

| | Óleo | Acrílico | Aço | Acetal | Água |
|---------------------------------------|---------|----------|--------|--------|----------|
| Massa específica (kg/m ³) | 848 | 1190 | 8090 | 1400 | 998,2 |
| Condutividade Térmica (W/m.K) | 0,23 | 0,21 | 16,27 | 0,31 | 0,60 |
| Calor específico (J/kg.K) | 2017 | 1465 | 502,48 | 2302 | 4180 |
| Calor latente (J/kg) | 264440 | - | - | - | - |
| Expansão Térm. (1/K) | 0,00333 | - | - | - | - |
| Viscosidade (N.s/m ²) | 0,0102 | - | - | - | 0,001003 |

Apesar das dimensões básicas da célula de testes terem sido mantidas fixas, foram testadas diferentes geometrias para os flanges, considerando também a instalação do transdutor no flange superior e inferior, onde ocorre o depósito de

parafina. Em particular, as dimensões da cavidade por onde circulava água de refrigeração foram otimizadas para minimizar o resfriamento das paredes laterais, o que poderia impedir a correta visualização devido à formação de depósitos de parafina na parede. Também visando facilitar a observação pela parede lateral, era desejável que a frente de deposição de parafina progredisse com uma forma axi-simétrica levemente convexa, com sua região de máximo relativamente uniforme no centro da célula. A Figura 4-4 mostra o resultado de uma das simulações computacionais na região de testes empregando flanges de aço inoxidável, geometria com entrada lateral do banho térmico e transdutor ultrassônico fixado no flange inferior. Nesta figura, observa-se uma não uniformidade das isotermas no centro da célula, o que poderia atrapalhar a determinação da espessura pelo método óptico, que será discutido adiante.

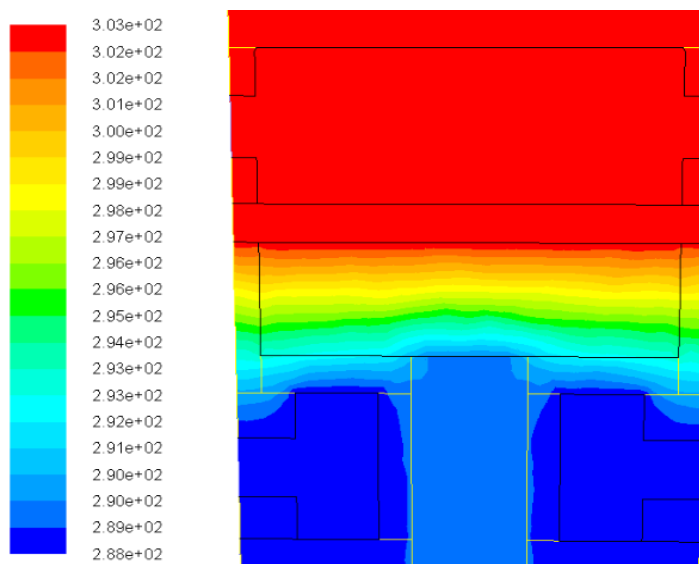


Figura 4-4 - Simulação computacional do campo de temperatura na seção de testes composta por flanges de aço inox e geometria com entrada lateral do banho térmico. Transdutor ultrassônico fixado no flange inferior.

A Figura 4-5 mostra o resultado de outra simulação, desta vez empregando uma geometria com entrada inferior do banho térmico e transdutor ultrassônico fixado no flange superior. É possível notar uma ligeira inclinação positiva das isotermas nas extremidades da célula de testes, o que poderia comprometer a visualização devido à obstrução da linha de visão pelo depósito.

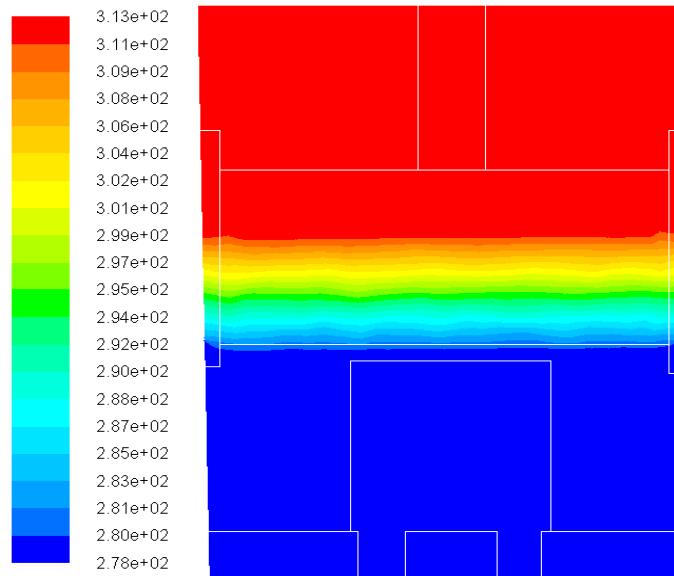


Figura 4-5 - Simulação computacional do campo de temperatura na seção de testes composta por flanges de aço inox e geometria com entrada inferior do banho térmico. Transdutor ultrassônico fixado no flange superior.

Após diversas simulações, os materiais selecionados para a construção da célula foram acetal para os flanges e acrílico para a parede cilíndrica lateral. A geometria que apresentou melhores resultados possuía entrada inferior do banho térmico e transdutor ultrassônico fixado no flange superior. A Figura 4-6 apresenta uma visão global do campo de temperatura obtido da simulação computacional da célula de testes adotada, para a condição de regime permanente. A Figura 4-7 mostra uma vista ampliada do campo de temperatura no interior da célula de testes. Como pode ser observado, as isoterma curvam-se em direção à parede lateral circular, como desejado. Essas regiões mais aquecidas garantem que não haveria deposição de parafina nas partes internas das paredes laterais circulares, permitindo o livre acesso óptico ao interior da célula. A forma do depósito de parafina também acompanharia o perfil da isoterma correspondente à TIAC da solução. Assim, a região central inferior da célula apresentaria uma superfície plana, mais elevada do que as bordas do depósito. A posição desta região plana do depósito poderia ser medida com a câmera digital, fornecendo o valor de referência da espessura de depósito. A posição do transdutor de ultrassom pode ser vista na Figura 4-7, montado acima da região plana do depósito de parafina.

O desempenho da célula de testes na simulação computacional foi considerado satisfatório, e os materiais selecionados foram utilizados na confecção

das peças de acordo com a geometria considerada ideal. A seguir são apresentados os detalhes construtivos da célula de testes.

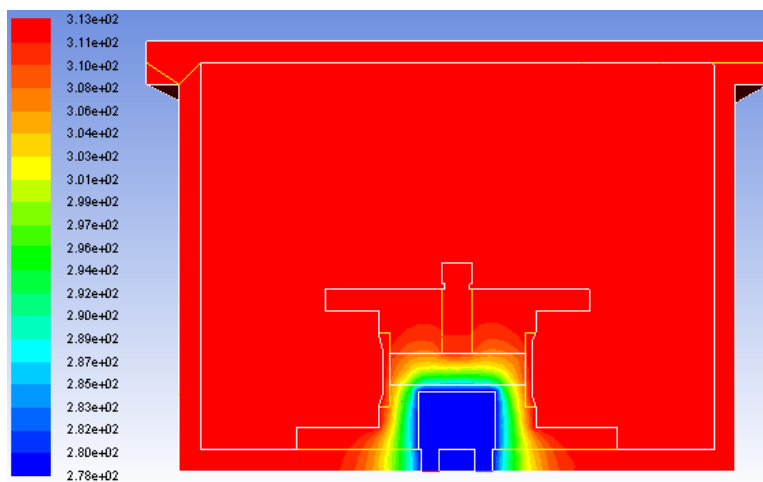


Figura 4-6 – Campo de temperatura na seção de testes, obtida da simulação computacional, para a condição de regime permanente.

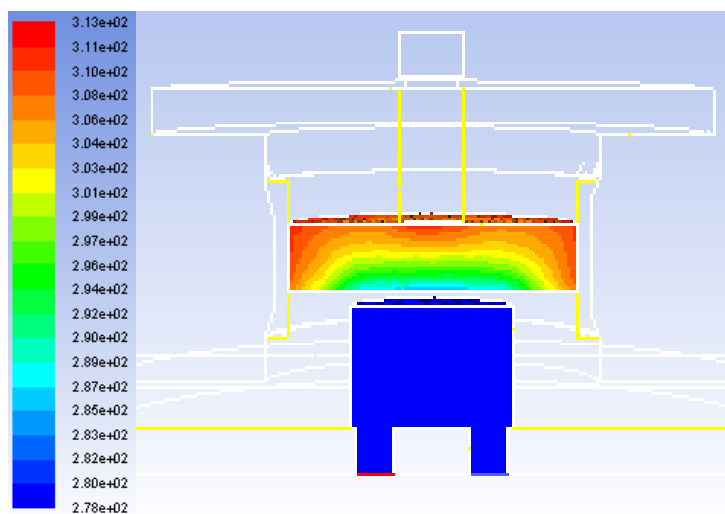


Figura 4-7 – Campo de temperatura na célula de testes, obtida da simulação computacional, para a condição de regime permanente.

4.3. Célula de Testes

A célula de testes era formada por dois flanges horizontais de acetal montados sobre um cilindro curto de acrílico. O cilindro de acrílico tinha 35 mm de altura e 63,5 mm de diâmetro interno, com uma espessura de parede de 3 mm. A Figura 4-8

apresenta vistas do flange inferior. A parte cilíndrica plana do flange penetrava no cilindro de acrílico, sendo selada por meio de um anel de vedação. A célula de testes montada possuía comprimento de 15,55 mm à frente da face do transdutor de ultrassom. Uma vez a célula em funcionamento, o depósito de parafina formava-se sobre esta parte plana. Abaixo da superfície plana foi usinada uma cavidade externa por onde circulava água de refrigeração para induzir a formação do depósito. Duas calhas verticais foram usinadas dentro da cavidade para receber uma antepara que tinha a função de direcionar o fluxo de água de refrigeração através da cavidade. O flange era montado sobre a superfície interna do tanque de acrílico que possuía dois furos que coincidiam com as duas metades da cavidade separadas pela antepara. Água de refrigeração era injetada em uma das metades da cavidade, refrigerava a superfície horizontal do flange onde se formaria o depósito, e retornava pela segunda metade da cavidade.

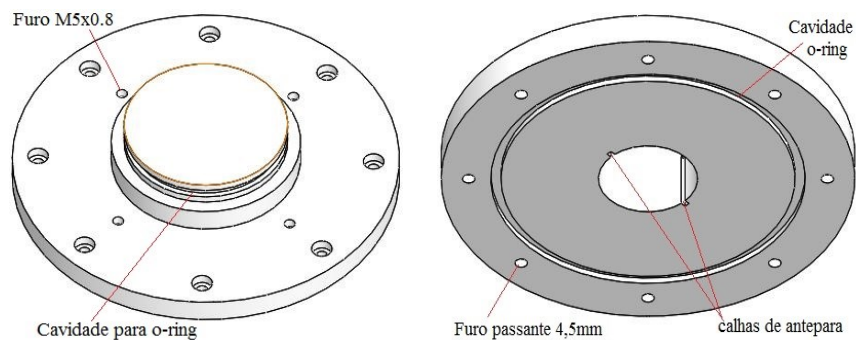


Figura 4-8 – Vista do flange inferior de acetel.

O flange superior que selava a cavidade possuía dimensões externas iguais à do flange inferior. Como pode ser visto na Figura 4-9, a parte cilíndrica plana deste flange que penetrava no cilindro de acrílico tinha três furos. No furo central, de 14 mm de diâmetro, foi instalado o sensor de ultrassom, devidamente selado pelo uso de anéis de vedação. Os outros dois furos foram utilizados para permitir o enchimento da célula com o fluido de testes e saída de ar. Também, durante a operação estes furos foram conectados a mangueiras verticais de modo a permitir a expansão da solução de testes quando aquecida.

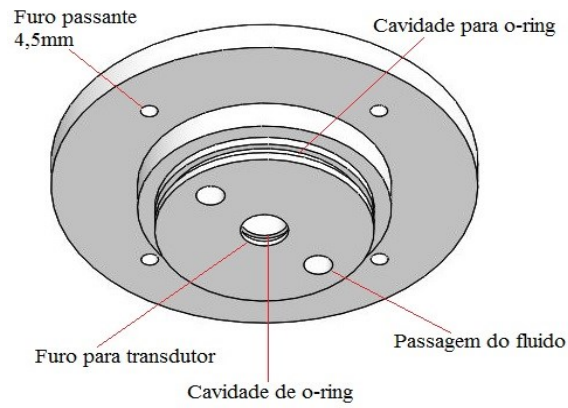


Figura 4-9 – Vista do flange superior de acetal.

A Figura 4-10 apresenta uma vista explodida da célula de testes, onde a montagem de todos seus componentes pode ser claramente observada. A Figura 4-11 apresenta uma fotografia da célula montada.

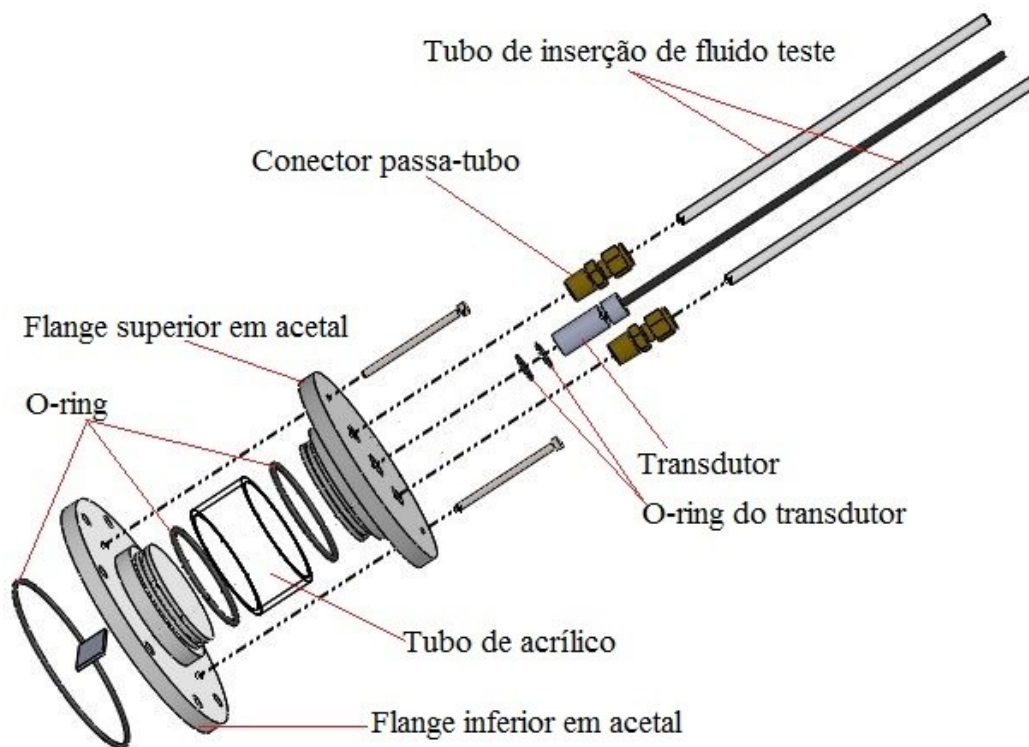


Figura 4-10 - Vista explodida da célula de teste.

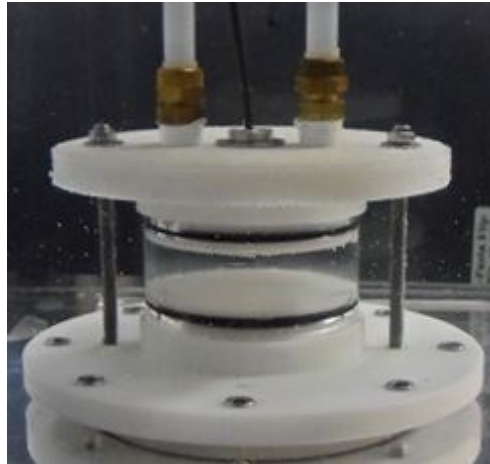


Figura 4-11 – Fotografia da célula de testes montada.

4.4. Transdutor Ultrassônico

O transdutor utilizado foi desenvolvido no Departamento de Engenharia Mecatrônica e de Sistemas Mecânicos da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP. O transdutor possui uma membrana de 10 mm de diâmetro e trabalha em uma frequência de 5MHz sob o método de pulso-eco. A Figura 4-12 apresenta uma fotografia do transdutor e seu posicionamento na célula de testes.

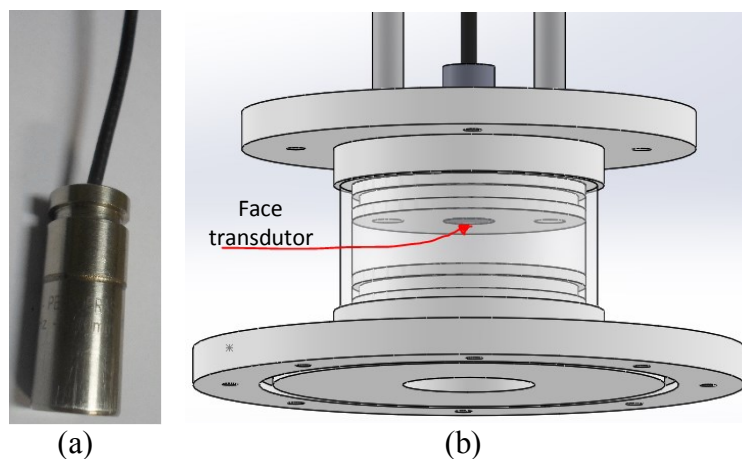


Figura 4-12 – (a) Fotografia do transdutor. (b) Vista da posição de inserção do transdutor ultrassônico na célula de teste

4.5. Unidade de Controle Digital

O transdutor de ultrassom era controlado por uma unidade digital também confeccionado no Departamento de Engenharia Mecatrônica e de Sistemas Mecânicos da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP. Esta unidade de controle digital, mostrada na Figura 4-13, era responsável pelas tarefas de controle dos circuitos de transmissão e recepção do sinal sônico, e gerenciamento da entrada de comandos e configurações realizadas por meio de programação específica implementada na plataforma MATLAB™. Era constituída de uma placa de aquisição com taxa de amostragem na faixa de 10MHz a 80MHz, conforme programação, para um conversor A/D de 12bits, com ganhos eletrônicos de até 100dB, e pulso de voltagem de 50 a 150V.

A unidade de controle digital oferecia entrada para até quatro transdutores sônicos simultaneamente, contando também com duas entradas para sensores de temperatura do tipo LM335A, comunicando-se com o computador por meio de um cabo CH341, conversor USB de barramento RS-485 para comunicação serial.



Figura 4-13 – Fotografia da Unidade de Controle Digital utilizada.

Durante os experimentos, a placa de controle foi programada para a aquisição de 4000 leituras por amostragem, o qual equivale a um tempo de amostragem de 50 μ s a uma taxa de aquisição de 80MHz.

4.6. Caixa Tanque

A célula de testes foi montada no tanque de acrílico mostrado na Figura 4-14. O tanque tinha dimensões de 180 x 240 x 240 mm (altura x largura x comprimento). Este tanque era preenchido com água proveniente de um banho termostático, e tinha a finalidade de fornecer um ambiente com temperatura elevada, acima da TIAC da solução. Dessa forma, o flange superior mantinha-se na temperatura quente do banho, enquanto o flange inferior era refrigerado pela água fria do outro banho termostático, estabelecendo-se assim o gradiente de temperatura dentro da célula de testes necessário para a formação do depósito de parafina até uma posição desejada para um dado ensaio.

O tanque foi construído em acrílico para permitir acesso óptico ao interior da célula de testes. Uma tampa com junta de vedação selava a água no interior do tanque. Conexões de latão permitiam a entrada e saída da água proveniente do banho. Um penetrador instalado na tampa possibilitava a saída dos cabos do transdutor, sem vazamento de água.

No fundo do tanque foram usinados furos roscados para fixar o flange inferior da célula de testes. Também no fundo do tanque, foram usinados furos que receberam conectores ligados ao banho termostático frio. Estes furos coincidiam com a entrada e saída de fluido da cavidade do flange inferior. O projeto do tanque e da célula de testes foi concebido de forma que a troca do fluido de teste pudesse ser feita através dos tubos verticais, sem a necessidade de abertura do tanque ou da célula. A Figura 4-15 apresenta uma fotografia da célula de testes montada no tanque de acrílico.

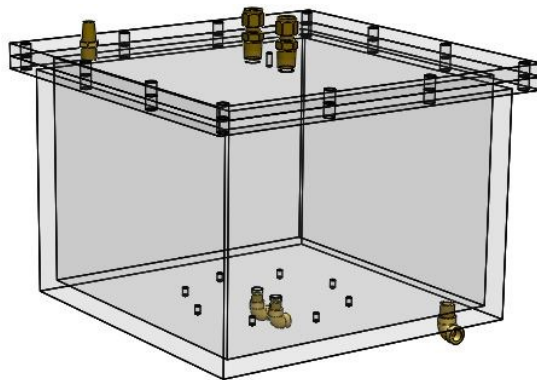


Figura 4-14 – Tanque para controle de temperatura da célula de testes.

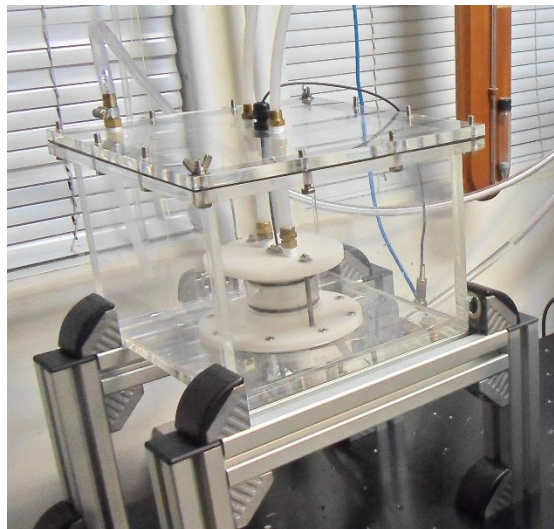


Figura 4-15 – Fotografia da célula de testes montada no tanque.

4.7. Sonda de Medição de Temperatura

O conhecimento do perfil vertical de temperatura da solução na célula de testes era informação relevante para o estudo da técnica de ultrassom na medição da espessura de depósito. Assim, foi construída uma sonda de temperatura para realizar a medição do perfil vertical. A sonda foi fabricada a partir de fios de termopar de Chromel e Constantan com 125 μm de diâmetro, revestidos de Teflon, de fabricação da Omega Engineering. O termopar do tipo E foi instalado em uma haste metálica de 5 mm de diâmetro e colado com resina epóxi. A haste foi fixada a uma mesa de coordenadas vertical acionada por um micrometro com resolução de 0,01 mm. Quando as medições do perfil de temperatura eram realizadas, a haste com o termopar era introduzida na célula de testes através de uma das entradas na tampa superior do tanque que era usada para enchimento da célula de testes. A Figura 4-16 apresenta uma fotografia da sonda de termopar introduzida no tubo de enchimento da célula de testes. A junção de termopar foi calibrada, e uma incerteza de 0,1 $^{\circ}\text{C}$ foi estimada para a medição da temperatura. As leituras de temperatura foram feitas através de um sistema de aquisição de dados modelo 34970A da AgilentTM, mostrado na Figura 4-17.

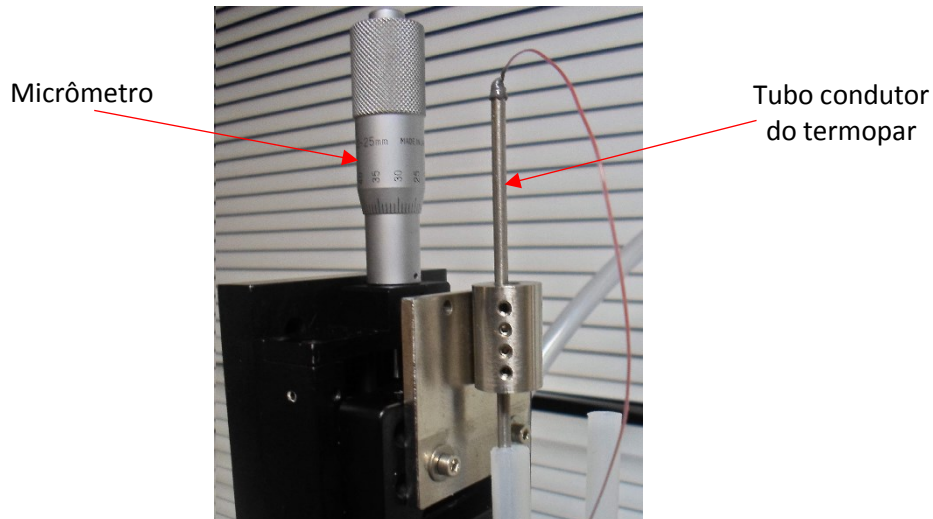


Figura 4-16 - Termopar em mesa de coordenadas vertical com micrômetro.



Figura 4-17 - Unidade de aquisição e registro de dados, Agilent™, modelo-34970A.

As medidas de temperatura foram realizadas com o termopar deslocado em relação à frente do transdutor para não causar interferências nos dados sônicos conforme Figura 4-18.

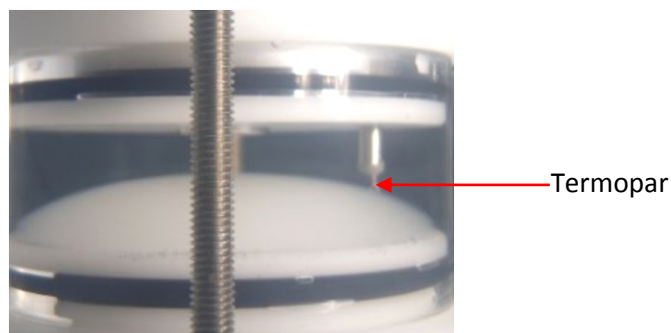


Figura 4-18 – Vista lateral da posição do termopar na célula de testes.

4.8. Banhos Termostáticos

Dois banhos termostáticos foram utilizados nos testes. Para o controle da temperatura fria foi utilizado o banho da Huber® modelo MPC-205B com potência de 1500 W e capacidade de circular a água com uma vazão de 20 L/min. Este banho operava em uma faixa de temperatura de -30°C a 200°C, apresentando resolução de 0,1 °C e estabilidade de temperatura de $\pm 0,05$ °C (Figura 4-19).



Figura 4-19 - Banho termostático utilizado no controle da temperatura fria dos testes.

Para o controle da temperatura quente foi utilizado o banho Ultratermostato Criostato da Ethik Technology® modelo 521/2D de 1500 W de potência e capacidade de aquecer um volume de 13 litros de água em uma faixa de 0 a 100 °C de temperatura, controlada por microprocessador digital (PID) com sensor tipo Pt100. O banho tinha resolução de 0,1 °C, e dispõe de uma bomba com capacidade de 10 L/min (Figura 4-20).

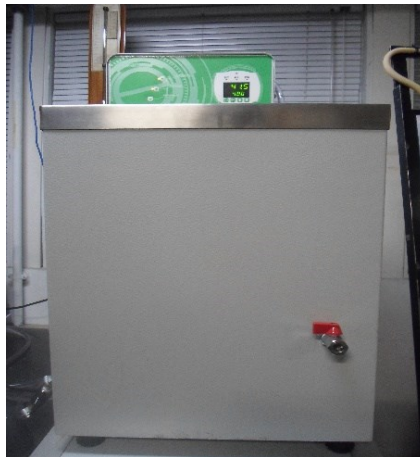


Figura 4-20 – Banho termostático utilizado no controle da temperatura quente dos testes.

A Figura 4-21 apresenta uma vista geral da montagem da bancada de testes com o posicionamento dos banhos termostáticos.

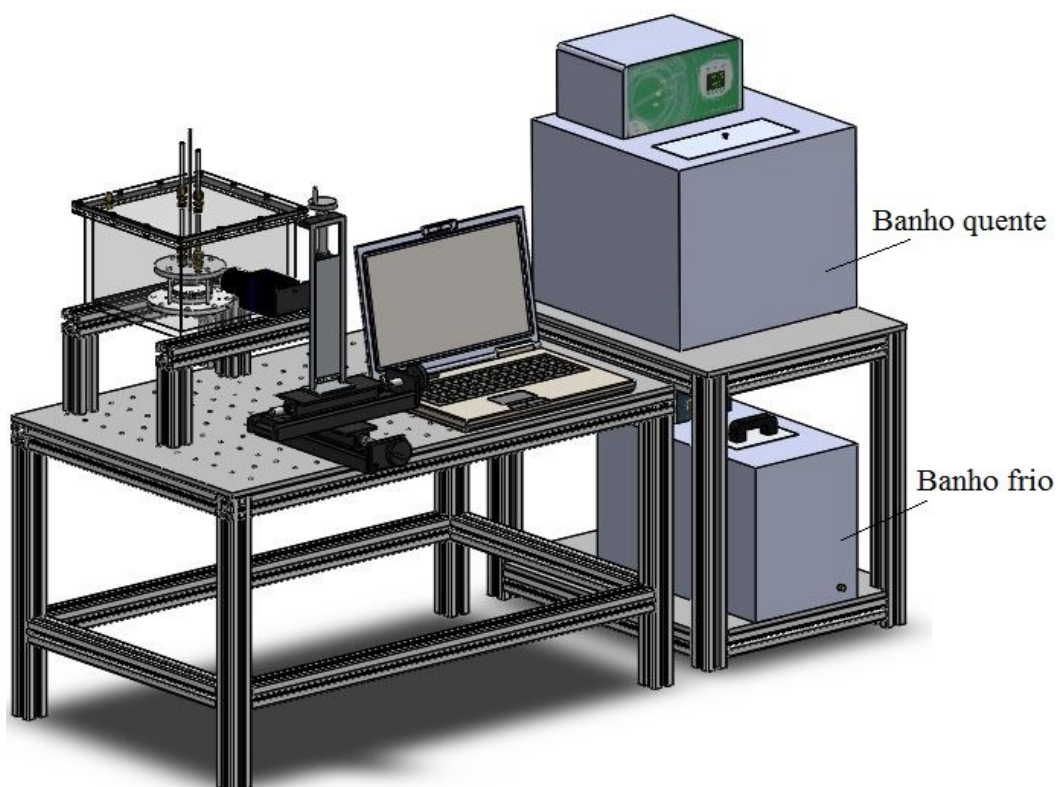


Figura 4-21 - Vista geral da bancada testes e banhos termostáticos.

4.9. Câmara Digital

Uma câmera digital foi utilizada para fornecer as medidas de espessura de depósito de parafina que seriam utilizadas como valores de referência para os testes com o sensor de ultrassom.

A câmera digital usada foi uma AxioCam HR da Zeiss com resolução de 1280×1024 pixels. Foi instalada ortogonalmente à parede lateral da seção de testes sobre uma mesa de coordenada tri-axial fixa à bancada, como indica a Figura 4-22. As imagens gravadas pela câmera foram processadas pelo software AxioVisionSE64 Rel.4.8 da Zeiss, com o objetivo de extrair informações quantitativas sobre a espessura dos depósitos dentro da célula de testes. A Figura 4-23 apresenta uma fotografia da câmera montada junto à seção de testes.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1421604/CA

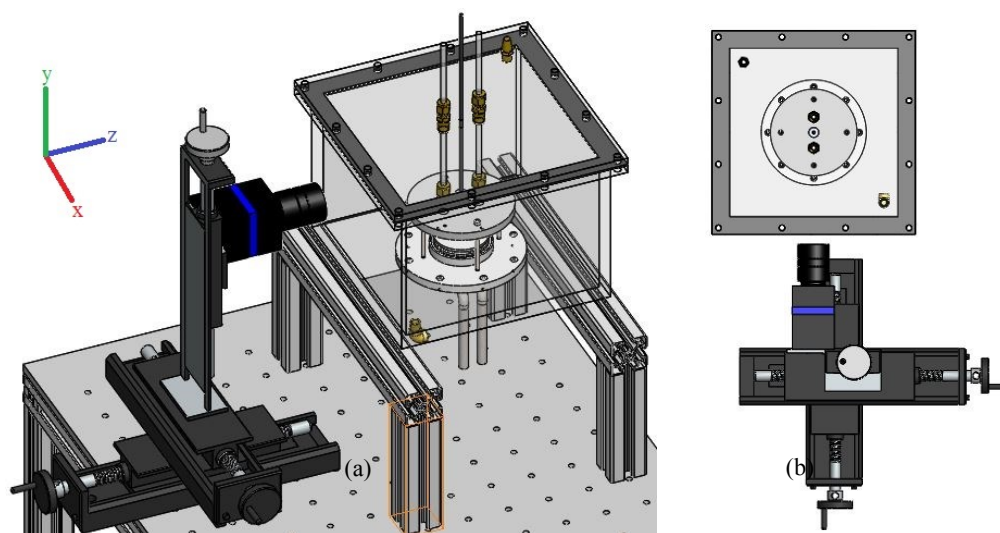


Figura 4-22 – (a) Vista isométrica e (b) vista superior da câmera digital montada sobre mesa de coordenadas.

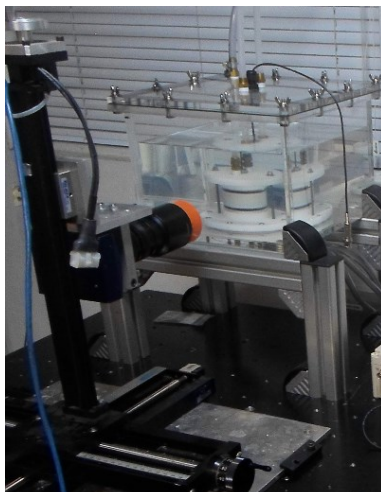


Figura 4-23 - Câmera digital e seção de testes.

4.10. Preparação da Seção de Testes

A preparação inicial da seção de testes tinha por objetivo condicionar os componentes do sistema de aquisição e o fluido a ser testado. A célula de testes era responsável por receber em seu interior a solução estudada e, por esta razão, necessitava de alguns cuidados em sua montagem, que serão descritos a seguir.

A cada troca de solução de teste, a célula era limpa para que nenhum resquício da solução anterior permanecesse em seu interior. A limpeza nas trocas de solução contendo parafina era realizada através da remoção da mistura e posterior lavagem completa com água quente a 100 °C.

Para evitar que a lavagem com água deixasse umidade e contaminasse a nova solução, as peças da célula de testes eram secas com ar quente e deixadas no ambiente do laboratório por 24 horas antes de uma nova remontagem.

Na montagem tomava-se cuidado para garantir a correta dimensão do espaço interno entre os flanges. Esta dimensão entre os flanges seria posteriormente utilizada no cálculo da velocidade de propagação da onda sonora no fluido. A dimensão entre os flanges era garantida pelo perfeito contato entre os flanges e o tubo de acrílico, como pode ser na Figura 4-24.

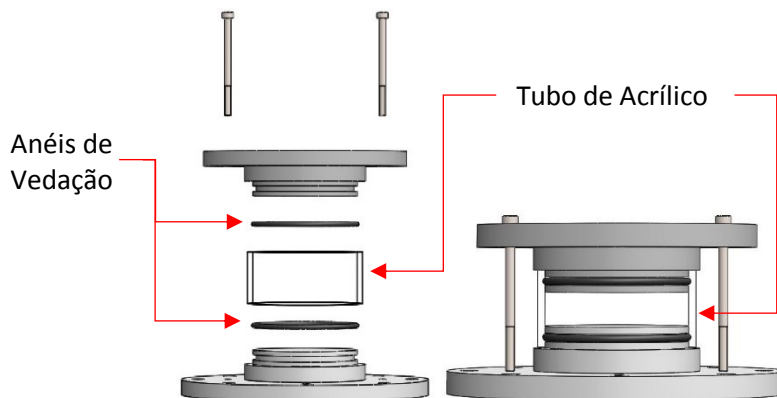


Figura 4-24 - Ilustração da montagem das peças da célula de testes.

O principal cuidado no processo de enchimento da célula de testes com a solução de testes era evitar a formação de bolhas de ar. À medida que se inseria o fluido e seu nível subia, bolhas eram geradas dentro da célula de testes, como pode ser visto na fotografia da Figura 4-25. A presença de bolhas no fluido poderia gerar fortes ruídos no sinal sônico quando posicionadas frente ao transdutor, comprometendo as medições.



Figura 4-25 – Fotografia de bolhas formadas após o enchimento da célula de teste.

Para evitar que essas bolhas ficassem alojadas na célula de testes, foi colocado um calço de 1 cm entre o fundo da caixa de acrílico e a mesa onde a caixa se apoiava, conforme pode ser observado na Figura 4-26. Com a célula inclinada, a solução era inserida lentamente.

Este procedimento induzia um caminho de coalescência das bolhas e de deslocamento em direção ao tubo de inserção de fluido que estava aberto à atmosfera.

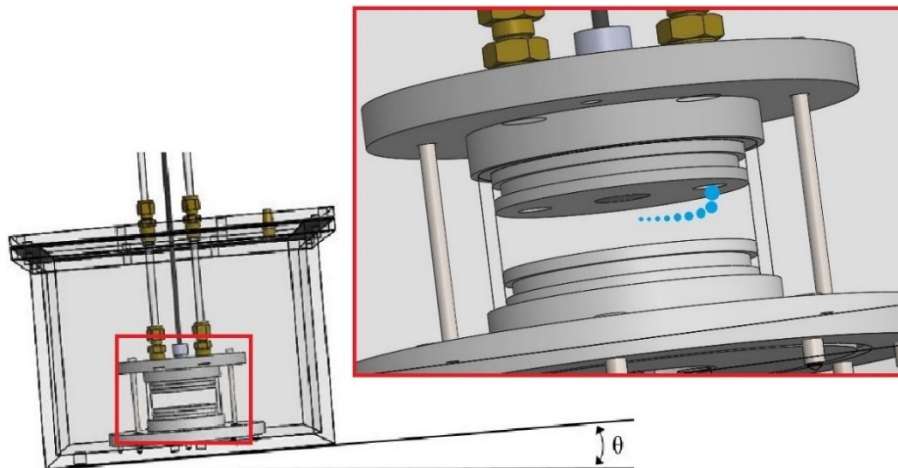


Figura 4-26 - Ilustração da inclinação da seção de testes e do deslocamento das bolhas dentro da célula de testes (em azul).

Após verificação visual de que bolhas não estavam mais presentes, o calço era removido e a seção de testes era nivelada. Em seguida, os dois banhos termostáticos eram acionados para circular água com temperaturas de interesse previamente ajustadas. A leitura de um termopar imerso na solução era monitorada até que a condição de regime permanente fosse atingida. A uniformidade da temperatura da solução de testes era verificada pela medição de um perfil de temperatura utilizando-se da sonda de termopar.

Com a temperatura da solução uniforme, o transdutor de ultrassom era acionado com o objetivo de verificar a necessidade de ajustes na tensão de alimentação ou alterações no ganho, de modo a evitar saturação do sinal. A Figura 4-27 mostra um exemplo de sinal saturado e um sinal ajustado sem saturação.

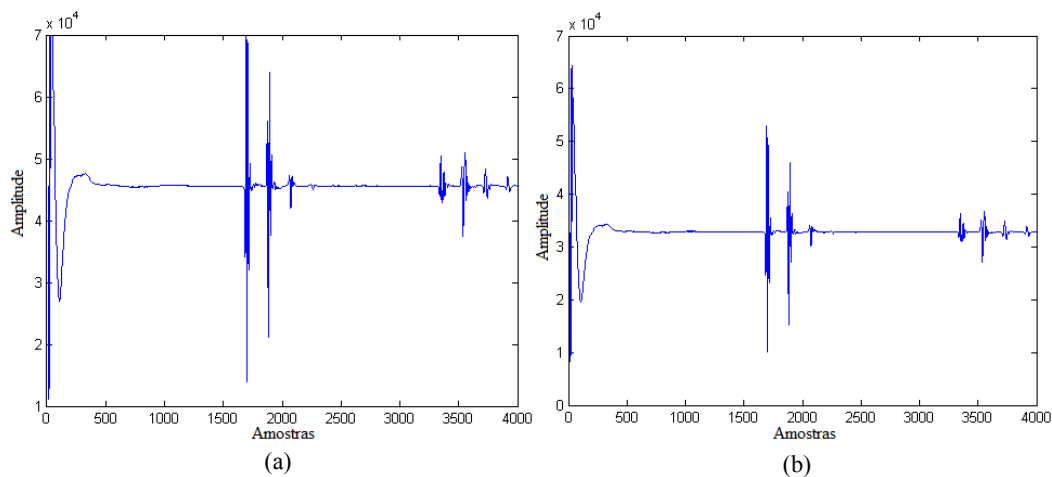


Figura 4-27 - Sinais não processados: (a) sinal saturado e (b) sinal ajustado.

Ajustado o sinal do transdutor e garantida a ausência de bolhas no interior da célula, a seção de testes era considerada pronta para os ensaios. Deve-se salientar que o procedimento descrito foi adotado todas as vezes que houve a necessidade de troca do fluido de teste.

4.11. Testes para a Medição de Espessura do Depósito

As soluções testadas eram constituídas de 10%, 20% e 30% em massa de parafina comercial purificada da SIGMA-ALDRICH® (códigos 327212 e CAS 8002-74-2) dissolvida em querosene comercial da SIGMA-ALDRICH® (códigos 329460 e CAS 8008-20-6). No presente trabalho, esses percentuais de parafina nas soluções foram escolhidos por serem comuns concentrações de até 32,5% nos óleos produzidos mundialmente, conforme menciona Mohammad et al. (2016).

Os componentes foram pesados em uma balança de precisão da GEHAKA® modelo AG-200 com resolução de 0,0001g. Em seguida, a mistura foi aquecida para dissolução em uma só fase e introduzida na célula de testes pelos tubos específicos para tal finalidade. Posteriormente, o banho quente foi acionado para circulação da água na caixa de acrílico com uma temperatura acima da TIAC, ajustada no banho. Aguardou-se a estabilização da temperatura.

Informações da TIAC de cada solução foram obtidas experimentalmente por reometria, realizada no Laboratório de Reologia da PUC-Rio. A curva de solubilidade desta solução de querosene com frações mássicas de parafina em função da temperatura é apresentada na Figura 4-28.

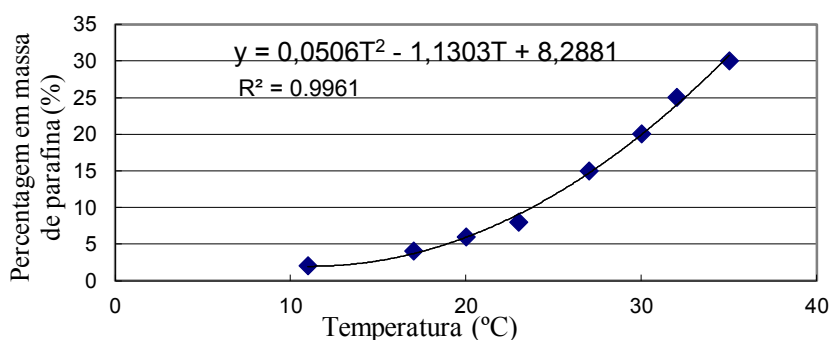


Figura 4-28 – Curva de solubilidade da solução de querosene com percentual em massa de parafina em função da temperatura

Com essa curva, foi possível inferir a TIAC para o percentual de parafina usado no experimento de forma a definir a temperatura de trabalho de cada experimento. O valor da TIAC obtido por reometria foi comparado com a temperatura da interface solução-depósito. Experimentos iniciais de deposição para concentrações de 10%, 20% e 30% foram realizados para medição de perfis de temperatura ao longo da célula de testes utilizando um termopar. Obteve-se boa concordância da temperatura na interface com a fornecida pela curva da Figura 4-28. As temperaturas ajustadas no banho térmico frio foram de 20°C, 25°C e 30°C para as concentrações de 10, 20 e 30% de parafina em solução, respectivamente, e de 35°C, 40°C e 45°C para o banho quente.

Os perfis de temperatura medidos nas fases líquida e sólida da solução de parafina para as concentrações de 10% e 20% podem ser vistos nas Figura 4-29 e Figura 4-30, respectivamente.

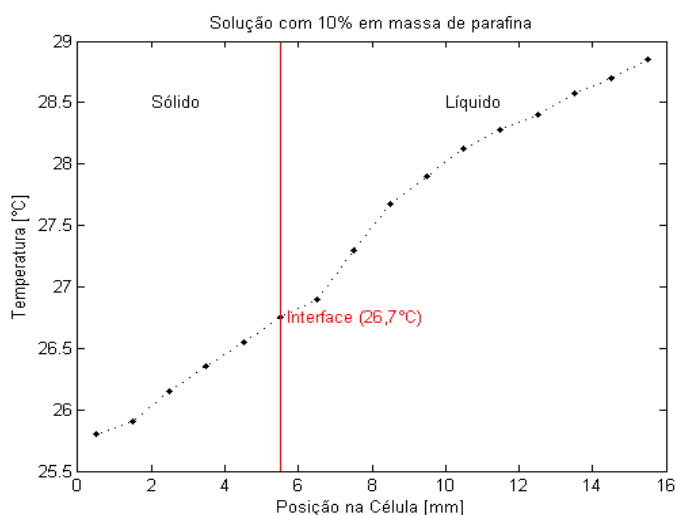


Figura 4-29 - Perfil de temperatura da solução de 10% em massa de parafina.

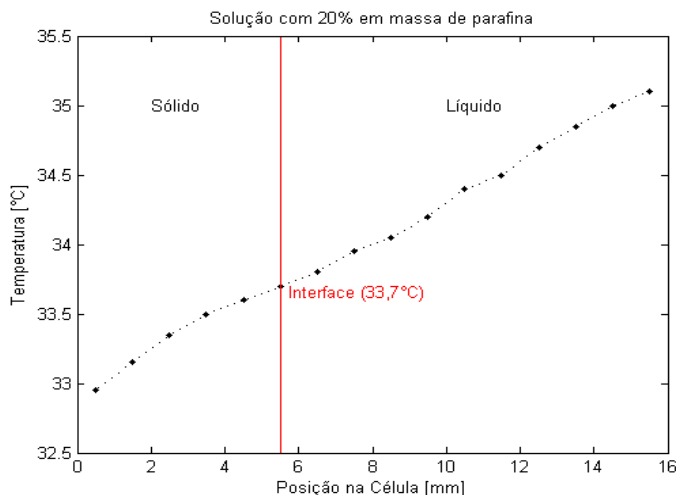


Figura 4-30 - Perfil de temperatura da solução de 20% em massa de parafina.

Nos seis testes executados para medição do depósito transiente de parafina utilizando diferentes métodos de medição, foram rigorosamente seguidos todos os procedimentos. Primeiramente os banhos foram ajustados para temperatura de 40°C, a fim de se garantir a solução totalmente líquida. Nestes testes foram usadas apenas solução com percentual de 30% em massa de parafina em querosene cuja a TIAC era de 34,7°C.

Na sequência, após completa dissolução, aguardou-se quinze minutos para assegurar completa homogeneidade da solução, em seguida foi ajustada a temperatura no banho frio a 25°C, abaixo da TIAC. Com os dois banhos ajustados àquelas temperaturas, induziu-se uma deposição de parafina.

A aquisição sônica foi feita simultaneamente com a aquisição das imagens pela câmera digital.

5 Métodos para Medição da Espessura do Depósito

Neste capítulo, serão descritos quatro métodos estudados no presente trabalho para medição da espessura do depósito em solução parafínica através do sinal de ultrassom longitudinal. Os métodos propostos baseiam-se na detecção da interface por reflexão do sinal, no tempo combinado de propagação nos diferentes meios, na atenuação da amplitude do eco e no atraso do eco. No Capítulo 6, os resultados destas medições serão comparados com a espessura medida opticamente através de uma câmera, técnica também apresentada no final deste capítulo. A técnica óptica foi considerada como o padrão para a avaliação dos métodos ultrassônicos propostos.

5.1. Detecção de Interface por Reflexão do Sinal

A primeira técnica testada para a medição da espessura do depósito em solução parafínica consiste na medição do tempo entre ecos correspondentes à reflexão do sinal de ultrassom na interface líquido-depósito analisada. Os primeiros picos de reflexão observados nos grupos de ecos, correspondem às primeiras interfaces percebidas pelo transdutor de ultrassom, enquanto o intervalo de tempo entre eles representa o tempo de trânsito do sinal de ultrassom no meio analisado. Logo, a distância entre a membrana do transdutor e a interface pode ser obtida através da metade do tempo entre o primeiro pico do primeiro grupo de ecos e o primeiro pico do segundo grupo de ecos multiplicada pela velocidade de propagação do ultrassom na parafina líquida.

Como mencionado no Capítulo 4, para uma medição mais precisa do intervalo de tempo entre ecos correspondentes, foi utilizada neste trabalho a correlação cruzada entre duas janelas do sinal contendo os ecos consecutivos referentes à interface analisada. A correlação cruzada entre as janelas do sinal era realizada após a subtração da média da janela correspondente.

A seleção das janelas de interesse foi realizada de forma automática através de duas regiões de busca próximas aos ecos de interesse. Os máximos do sinal envolado eram então identificados e a janela posicionada através de intervalos fixos para frente e para trás destes picos. A Figura 5-1 exemplifica o procedimento descrito de localização das janelas.

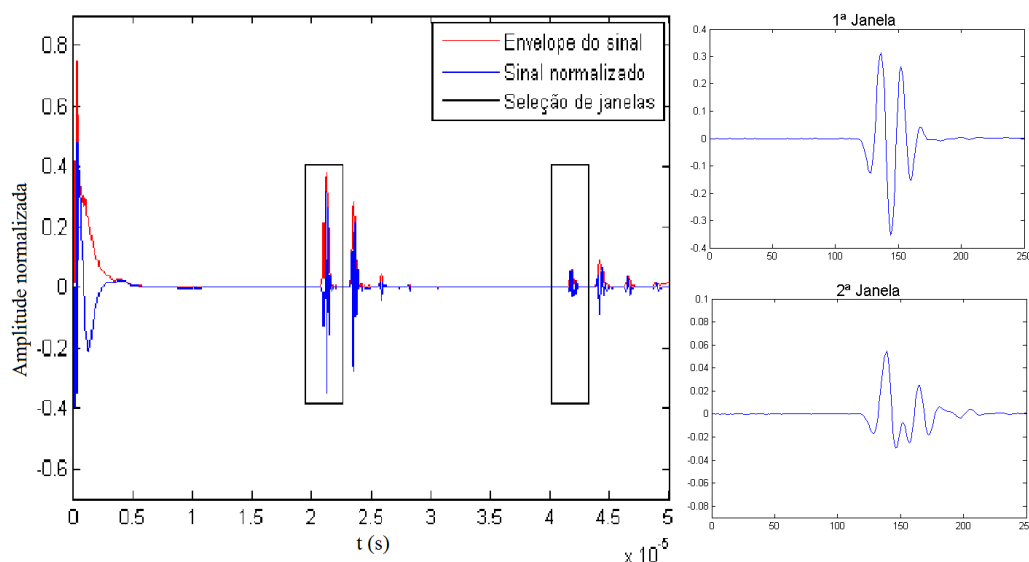
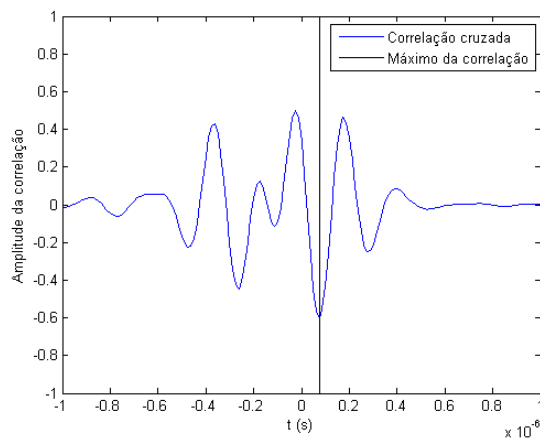
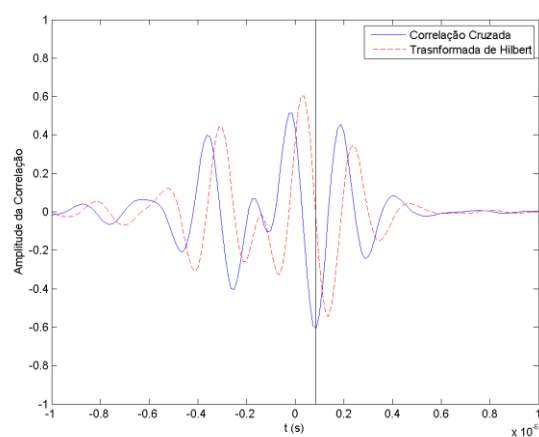


Figura 5-1 - Sinal com envelope e seleção de janelas (à esquerda) e suas respectivas janelas (à direita).

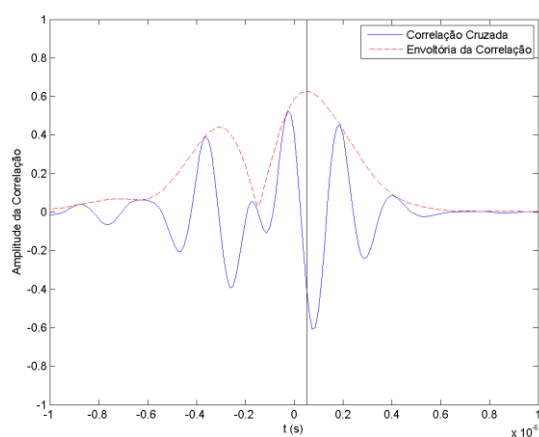
Diferentes implementações para o refinamento do cálculo do tempo de trânsito do método da reflexão da onda na interface de interesse foram propostas: baseadas no máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada, no cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada e no pico da envoltória da correlação cruzada. O intervalo de tempo entre estes ecos foi calculado por meio da soma da distância entre as janelas com a correção dada por estas diferentes implementações utilizando a correlação cruzada. A Figura 5-2 mostra as diferentes implementações propostas testadas em água destilada a 30°C para a correlação normalizada das janelas da Figura 5-1.



(a)



(b)



(c)

Figura 5-2 – (a) Máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada, (b) cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada e (c) pico da envoltória da correlação cruzada para água destilada a 30°C .

Como será mostrado no Capítulo 6, os melhores resultados para o cálculo do tempo de trânsito entre ecos correspondentes foram obtidos através do uso do pico da envoltória do resultado da correlação cruzada. Esta implementação será utilizada

para medição da espessura do depósito pelo método de detecção de interface por reflexão do sinal.

A posição da interface líquido-depósito é obtida pelo reconhecimento da velocidade de propagação da onda no meio e do intervalo de tempo entre os ecos.

$$S = \frac{c \cdot \Delta t}{2} \quad (5.1)$$

Onde S é a espessura do depósito, c a velocidade, e Δt é o tempo entre duas reflexões da onda na mesma interface. As velocidades na solução, obtidas experimentalmente através de um procedimento de caracterização, estão apresentadas no Capítulo 6.

5.2. Tempo Combinado de Propagação nos Diferentes Meios

Como será apresentado no Capítulo 6, a detecção da reflexão do sinal do ultrassom longitudinal na interface do depósito de parafina é difícil devido à pouca diferença de impedância acústica entre a solução e o depósito de parafina. Para contornar esta dificuldade, foi proposta a medição da espessura do depósito através do método de tempo combinado de propagação em cada fase da amostra.

Neste caso, o intervalo de tempo entre ecos correspondentes à reflexão do sinal de ultrassom no flange inferior está relacionado com o tempo de trânsito do sinal ao se propagar nas duas fases da amostra. O intervalo de tempo pode ser medido pelo método de detecção de interface por reflexão do sinal, conforme apresentado na seção anterior. Como este tempo corresponde à soma do tempo de trânsito nas duas fases, conforme eq. (5.2), a espessura do depósito pode ser estimada de maneira ponderada pela eq. (5.3).

$$\frac{\Delta t}{2} = \frac{D - S}{Vl} + \frac{S}{Vs} \quad (5.2)$$

$$S = \frac{\frac{\Delta t}{2} \cdot Vl \cdot Vs - Vs \cdot D}{Vl - Vs} \quad (5.3)$$

Onde Δt é o intervalo de tempo entre os ecos correspondentes, D é a extensão da célula, S a espessura do depósito, Vl a velocidade na fase líquida e Vs a velocidade na fase sólida.

As velocidades sônicas na solução em fase sólida, para diferentes temperaturas abaixo da TIAC, e na fase líquida, para diferentes temperaturas acima da TIAC, foram obtidas experimentalmente através de um procedimento de caracterização e serão apresentadas no Capítulo 6.

Com o tempo de propagação da onda para percorrer as duas fases e com as velocidades médias para as faixas de temperaturas dentro da fase sólida e dentro da fase líquida da amostra, estima-se a espessura do depósito.

5.3. Atenuação da Amplitude do Eco

O terceiro método testado baseia-se na atenuação da amplitude do eco do sinal de ultrassom ao se propagar pelo depósito. Observou-se uma redução da amplitude do eco com a espessura do depósito de forma repetitiva.

Para uma medição mais precisa da atenuação da amplitude, ao invés de se usar a amplitude do sinal refletido, optou-se por medir a atenuação do pico no espectro de frequência (Figura 5-3) da janela contendo o primeiro eco do sinal de ultrassom (Figura 5-1). O espectro de frequência foi computado através da Transformada Rápida de Fourier (FFT – *Fast Fourier Transform*) do sinal janelado.

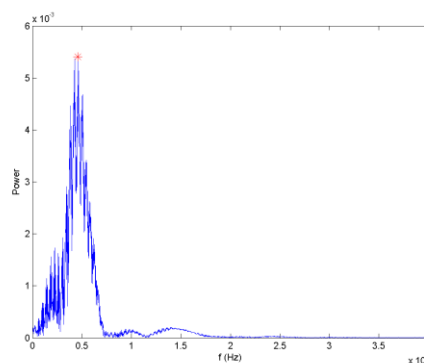


Figura 5-3 – Exemplo de FFT do sinal janelado e seu máximo (asterisco vermelho) para a solução de 30% em massa de parafina.

O valor máximo da FFT do sinal janelado foi calculado para diferentes valores de espessura do depósito para a confecção de uma curva de calibração. A

medição de espessura foi feita opticamente em um procedimento de calibração descrito no Capítulo 6.

Para este método, embora não tenham sido testados, provavelmente o somatório da FFT da primeira janela, o valor de máximo da FFT da janela na frequência de excitação ou o somatório do envelope do sinal na primeira janela produziriam resultados similares. Observou-se que estas variações do método geravam curvas semelhantes, uma vez que a atenuação do espectro de frequência parece ser resultante de dois efeitos: da atenuação por perda de energia do sinal sônico e da dispersão da onda ao passar pelo depósito.

5.4. Atraso do Eco

Comportamento análogo ao explicado para o método da atenuação da amplitude do eco ocorre com o tempo de trânsito do sinal. Observou-se um atraso do eco com a espessura do depósito de forma repetitiva devido à mudança de impedância acústica.

Esta mudança de impedância acústica além de permitir o cálculo da espessura através do método do tempo combinado de propagação nos diferentes meios, explicado anteriormente, permite a associação do retardo do sinal em relação ao sinal sem depósito com uma curva de calibração da espessura.

Para uma medição mais precisa do atraso do eco, ao invés de se usar o instante de tempo onde a amplitude do sinal refletido era máxima, optou-se por calcular o instante onde a amplitude da envoltória do sinal era máxima.

A medição de espessura foi feita opticamente em um procedimento de calibração descrito no Capítulo 6.

5.5. Medição Óptica

No método óptico de medição de espessura de depósito, utilizou-se o processamento das imagens capturadas por uma câmera digital para o cálculo da distância entre a face do transdutor de ultrassom e a interface do depósito.



Figura 5-4 – (a) Imagem capturada pela câmera e (b) imagem binarizada.

As imagens da seção de testes foram suavizadas através de um filtro de média e binarizadas (Figura 5-4). A binarização consistiu na determinação de um limiar de intensidade cinza da imagem acima do qual os pixels são convertidos para um valor lógico “1”, associando-os à fase líquida. Os pixels com valores de intensidade de cinza inferiores ao limite estabelecido, foram convertidos para valores lógicos “0”, sendo associados a material sólido ou a depósitos quando há formação de fase sólida na amostra.

A primeira imagem foi usada como referência quando não há depósito, solução toda líquida (Figura 5-4). A partir desta imagem foi calculado o somatório dos *pixels* referentes aos valores lógicos “1” na coluna central de *pixels* até os limites superior e inferior intercalados verticalmente pelos primeiros valores lógicos “0”. Assim, obteve-se o valor em *pixels* do espaço vertical da face do transdutor até a parede do flange inferior.

A espessura do depósito para as imagens seguintes foi calculada com a subtração dos espaços verticais centrais das fases líquidas, em branco nas imagens binarizadas. A cada nova imagem capturada em sequência, foi realizada a comparação do espaço ocupado com fase líquida na linha central da célula com a da primeira imagem (Figura 5-5). Como essa diferença estava em *pixels*, foi usado um fator de conversão *pixels*/milímetro dado pela calibração da câmera digital.

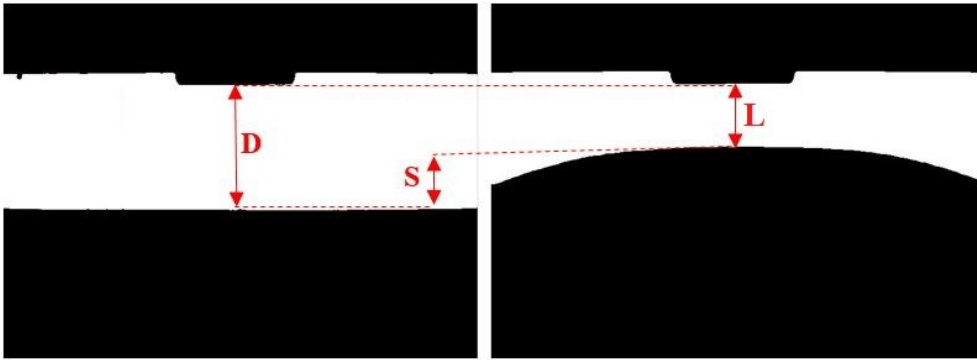


Figura 5-5 - Ilustração da diferença da fase líquida em imagens binarizadas.

6 Resultados e Discussões

Neste capítulo, serão apresentados e analisados os resultados obtidos com as metodologias adotadas para inferir a espessura do depósito de parafina por ferramenta ultrassônica descritas no capítulo anterior. Ressalta-se que não foram testados mais de uma frequência ultrassônica, portanto os resultados do presente trabalho se referem ao comportamento sônico do sinal para um transdutor de 5 MHz.

Os métodos propostos baseiam-se na detecção da interface por reflexão do sinal na interface de interesse, no tempo combinado de propagação da onda nos diferentes meios da amostra, na atenuação da amplitude do eco, e no atraso do eco ao se propagar na fase sólida da parafina. Estes métodos são apresentados na ordem cronológica de realização dos experimentos. A validação da seção de testes e caracterização acústica da solução de parafina utilizada também são descritos neste capítulo.

A aquisição e processamento dos sinais do presente trabalho foram realizados através de rotinas escritas na plataforma Matlab®.

6.1. Validação da Seção de Testes

Antes de se conduzirem experimentos empregando os diferentes métodos de medição de espessura de depósito propostos no capítulo anterior, a seção de testes foi validada. Foram realizados experimentos utilizando água destilada preenchendo a célula de testes de dimensões conhecidas.

As propriedades acústicas da água são bem conhecidas na literatura. Kinsler et al. (2000) sugerem a utilização da eq. (6.1) para estimar a velocidade de propagação do som em água destilada. Segundo os autores, a equação proposta apresenta uma incerteza de 0,05% para uma faixa de temperatura de 0°C a 100°C e pressão de 0 a 200 bar.

$$v(P, t) = 1402,7 + 488 \left(\frac{T}{100} \right) - 482 \left(\frac{T}{100} \right)^2 + 135 \left(\frac{T}{100} \right)^3 + (15,9 + 2,8 \left(\frac{T}{100} \right) + 2,4 \left(\frac{T}{100} \right)^2) \left(\frac{P}{100} \right) \quad (6.1)$$

Onde T é a temperatura em $^{\circ}\text{C}$ e P a pressão em bar.

No experimento de validação da seção de testes do presente trabalho, a velocidade da água foi calculada através do intervalo de tempo de trânsito Δt que a onda leva para percorrer duas vezes o espaço D ocupado pela água destilada dentro da cavidade de teste, conforme eq. (6.2) e Figura 6-1.

$$c = 2 \frac{D}{\Delta t} \quad (6.2)$$

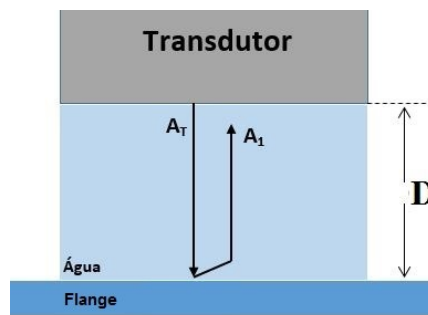


Figura 6-1 - Esquema da reflexão da onda sônica para cálculo do tempo de propagação.

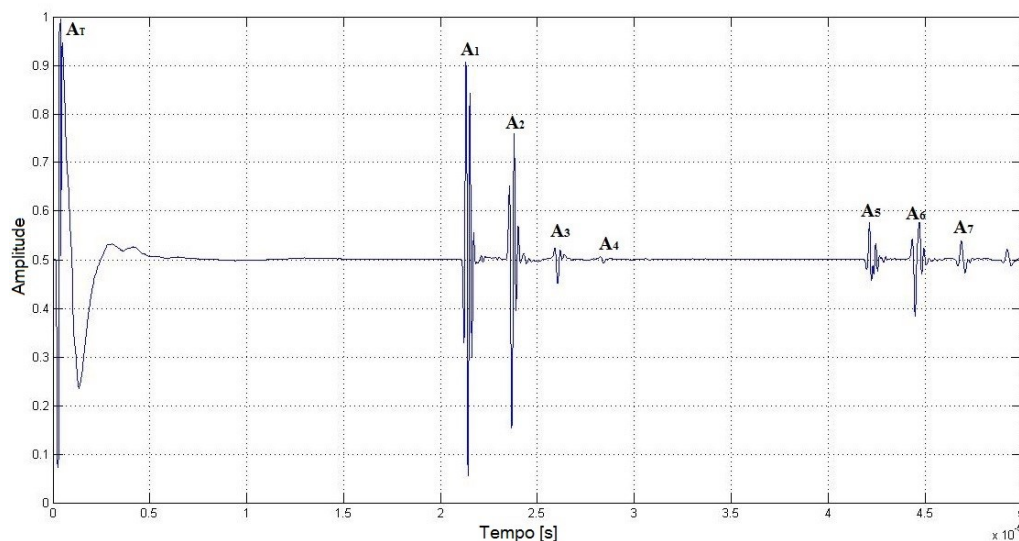


Figura 6-2 - Sinal sônico com água destilada na seção de teste

O sinal sônico obtido na aquisição com água destilada está mostrado na Figura 6-2. Nesta figura observa-se que o sinal registrado corresponde às medidas de amplitudes, normalizadas pela amplitude máxima, ao longo de uma janela de tempo de $50 \mu\text{s}$, correspondente a 4000 amostras. O sinal apresenta picos de amplitudes resultantes das reflexões nas interfaces, sendo o primeiro pico, no início do pulso, referente ao sinal de excitação do transdutor.

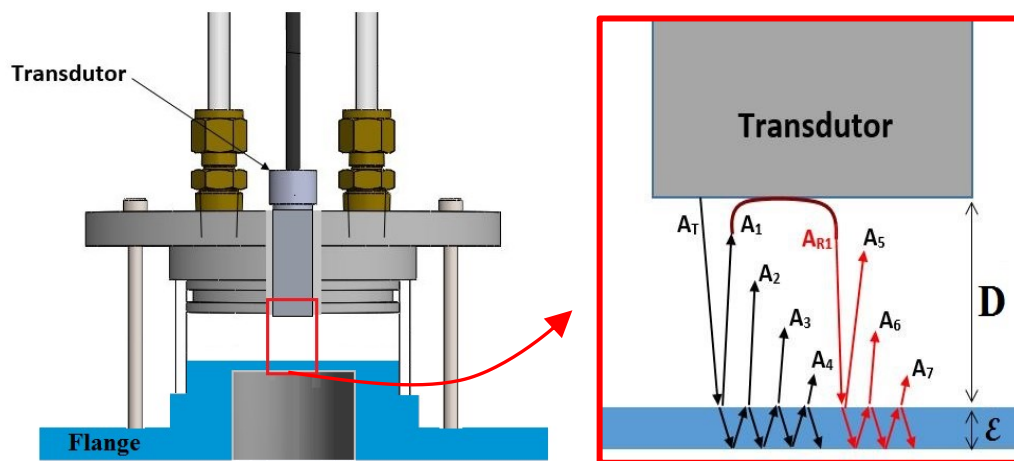


Figura 6-3 - Esquema em detalhe das multi-reflexões.

Na Figura 6-2 e na Figura 6-3, a referência A_1 corresponde à amplitude detectada pelo transdutor da reflexão do pulso na primeira interface após um percurso de duas vezes ‘D’. As referências A_2 , A_3 e A_4 correspondem às amplitudes de múltiplas reflexões no interior do flange inferior. Como a distância da célula de testes ‘D’ é mais que cinco vezes a espessura ‘ ϵ ’, um segundo retorno de A_1 (referência A_5), após reflexão do pulso transmitido na membrana do transdutor seguida de reflexão na superfície do flange inferior, aparece apenas após $40 \mu\text{s}$ neste caso. Observa-se também pela Figura 6-2 que a amplitude dos ecos decresce devido à perda de energia da onda refletida no processo de multi-reflexões.

Outro detalhe que se percebe nesta configuração experimental é a mudança de fase da onda em cada interface. Isso é observado nas reflexões A_1 e A_2 nas quais nota-se a inversão de fase (Figura 6-4), enquanto nas reflexões A_3 e A_4 a fase de A_2 é mantida. Paradoxalmente, nas reflexões A_5 e A_6 , percebe-se um decréscimo e um acréscimo da amplitude na parte inferior do pulso que pode ser explicado pela

combinação dos sinais das múltiplas reflexões, respectivamente de fase inversa e de mesma fase com relação àquelas.

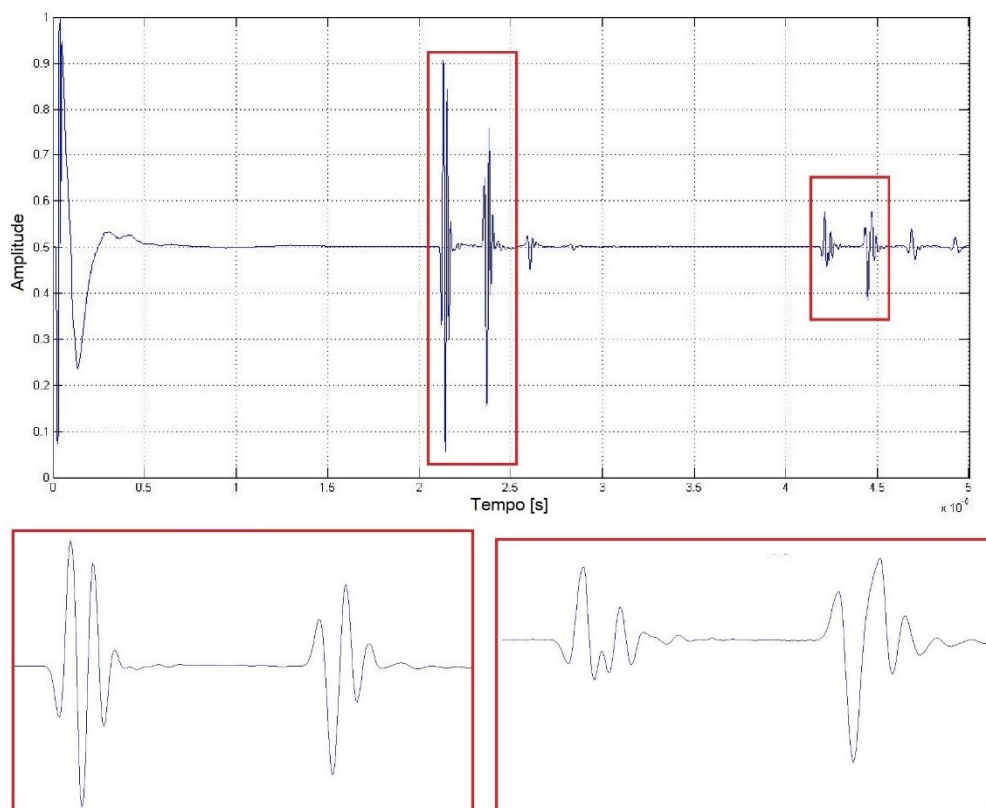


Figura 6-4 - Detalhe das janelas dos pulsos refletidos mostrando a mudança de fase.

Para o cálculo do tempo de trânsito da onda de ultrassom, o sinal foi janelado em regiões que correspondiam à reflexão na superfície do flange inferior da câmara de testes (referências A1 e A5 da Figura 6-2) conforme mostrado na Figura 6-5. Como o primeiro pulso A1 ao retornar é novamente refletido, como se fosse uma nova fonte emissora de pulso, o intervalo de tempo entre A1 e A5 corresponde ao tempo de ida e volta da onda dentro da célula de testes. Através destas janelas, diferentes implementações para cálculo do tempo de trânsito do método da reflexão da onda na interface de interesse foram testadas. Estas implementações baseadas na correlação cruzada de duas janelas do sinal computavam o tempo de trânsito através do máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada, do cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada e da envoltória da correlação cruzada.

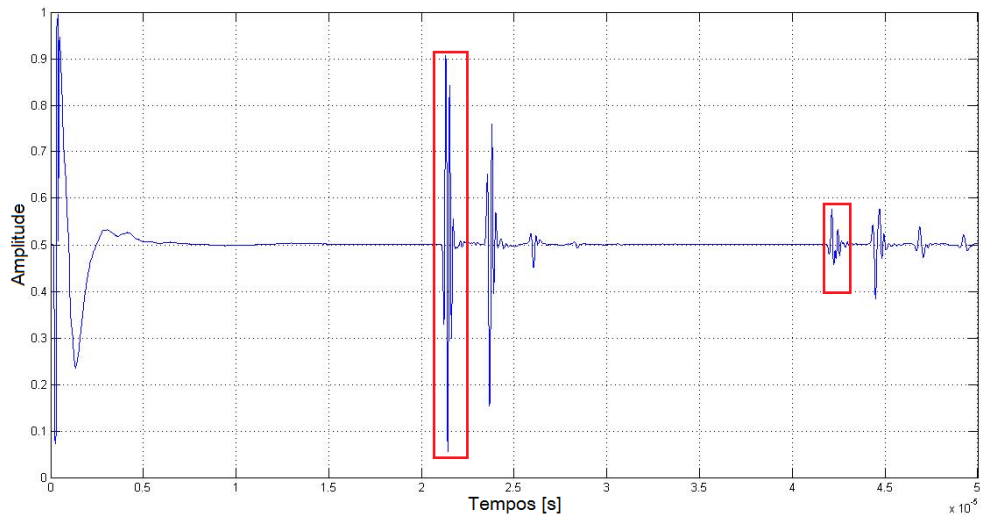


Figura 6-5 - Seleção das janelas de interesse

De imediato, percebe-se que há uma variação no tempo com as cinco temperaturas testadas e que esta é significativa para o cálculo das velocidades de cada sinal. A Figura 6-6 mostra os sinais ultrassônicos registrados para diferentes temperaturas da água destilada. A variação do tempo de trânsito, relacionada às diferentes velocidades de propagação, pode ser vista na Figura 6-7, que mostra em detalhe o primeiro e segundo ecos destes sinais (janela da Figura 6-6) sobrepostos.

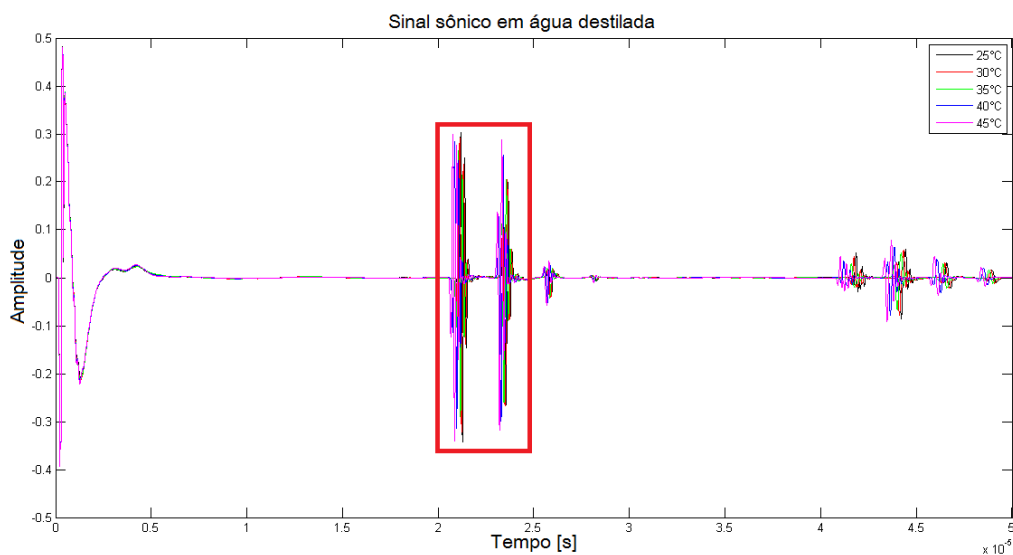


Figura 6-6 - Sinais sônicos em água destilada para as temperaturas de 25, 30, 35, 40 e 45 °C.

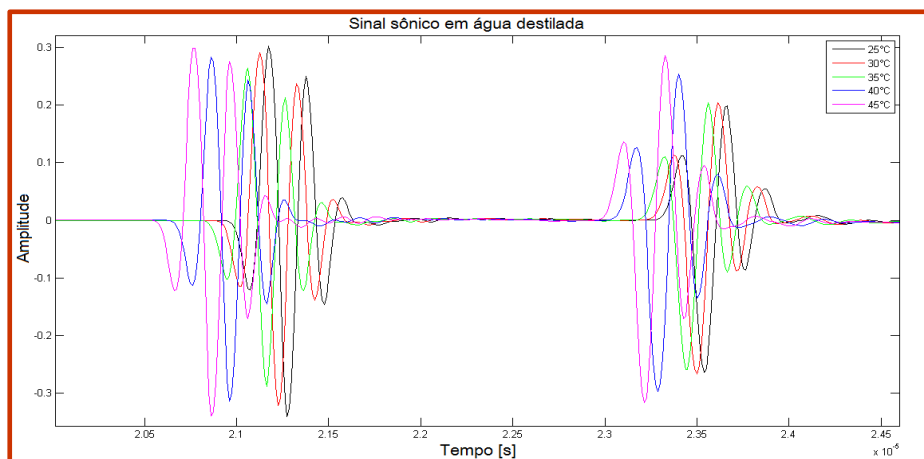


Figura 6-7 - Vista em detalhe da influência da temperatura no tempo de trânsito da onda sônica.

A velocidade experimental foi calculada dividindo-se o percurso sônico pelo intervalo de tempo entre os ecos A1 e A5 do sinal adquirido. O percurso sônico de 31,10 mm foi medido através de um paquímetro, com resolução de 0,05 mm, como duas vezes o espaço interior da célula de testes.

As dilatações térmicas dos materiais da célula de testes, acrílico e acetal, para a faixa de temperatura do experimento, foram consideradas desprezíveis, uma vez que a maior variação de comprimento, calculada para a maior variação de temperatura e para o material com maior coeficiente de dilatação térmica, foi de 0,05 do milímetro, ou seja, dentro da faixa de incerteza de medição.

A Tabela 6.1 compara os valores da literatura para as velocidades da onda sônica em água destilada com as medições experimentais empregando o máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada, o cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada e a envoltória da correlação cruzada. Como pode ser observado, os resultados experimentais apresentaram-se próximos dos valores da literatura.

Tabela 6.1 - Velocidades sônica em água destilada.

| Temperatura (°C) | Máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada | Cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada | Envoltória da correlação cruzada | Literatura (Kinsler et al., 2000) |
|------------------|---|--|----------------------------------|-----------------------------------|
| 25,0 | 1500 | 1496 | 1499 | 1497 |
| 30,0 | 1504 | 1508 | 1510 | 1509 |
| 35,0 | 1519 | 1519 | 1521 | 1520 |
| 40,0 | 1525 | 1528 | 1530 | 1529 |
| 45,0 | 1533 | 1535 | 1537 | 1537 |

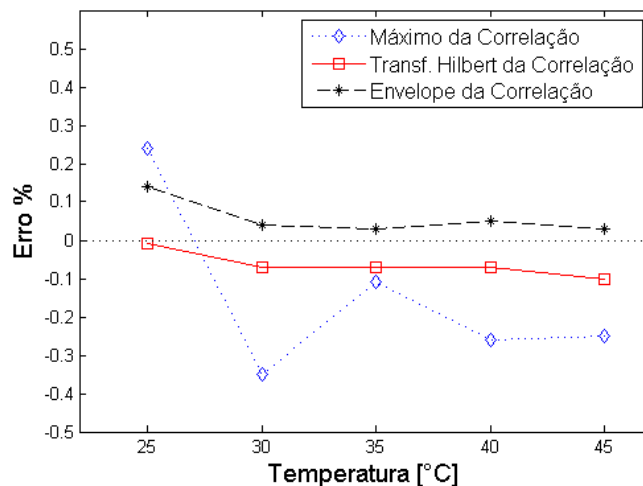


Figura 6-8 - Erros na medição da velocidade de propagação da onda sônica na água em relação aos valores da literatura (Kinsler et al., 2000).

A Figura 6-8 mostra os erros percentuais na medida da velocidade de propagação da onda sônica em água destilada, em relação aos valores reportados na literatura para os métodos apresentados na Tabela 6.1. Por esta figura, verifica-se que a implementação matemática que apresentou menor erro foi aquela utilizando o pico da envoltória do sinal analítico da correlação cruzada, em concordância com Martinhon (2007). Os erros mais elevados foram obtidos empregando-se a máxima amplitude da correlação cruzada para o cálculo da velocidade. É importante observar que todos os métodos testados apresentaram excelentes resultados. De fato, os maiores erros apresentados na Figura 6-8 são inferiores a 0,4%.

Pode-se observar na Figura 6-9 a excelente concordância da velocidade sônica em água destilada calculada experimentalmente pelo algoritmo do envelope da correlação com relação às velocidades da literatura, para a faixa de temperatura investigada.

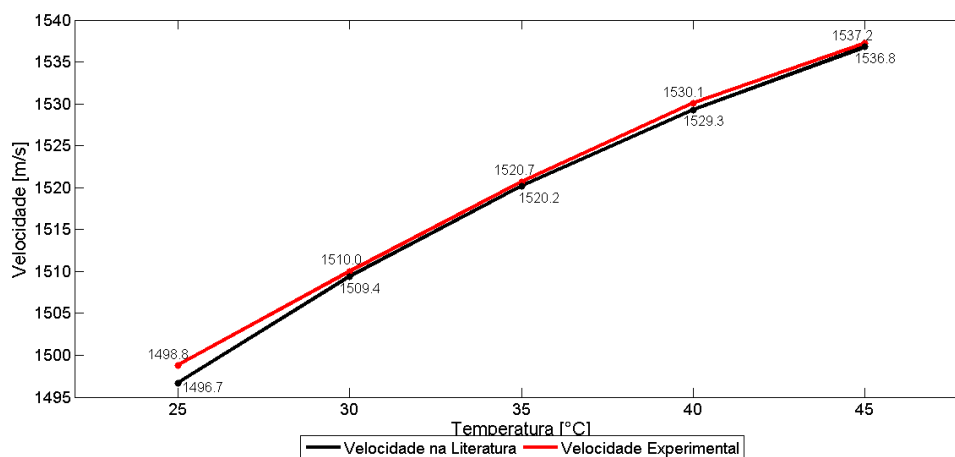


Figura 6-9 - Velocidade sônica em água destilada em função da temperatura: comparação de valores da literatura com as medições realizadas utilizando a implementação da envoltória do sinal da correlação cruzada.

Esses resultados mostram a consistência do algoritmo desenvolvido neste estudo para medir o tempo de propagação da onda sônica, e foram considerados suficientes para validar a seção de testes.

6.2. Caracterização Acústica da Solução de Parafina

A caracterização acústica da solução de parafina se faz necessária, uma vez que os dados de propagação da onda sônica específicos da solução em estudo não são encontrados na literatura.

Foram realizados experimentos para a caracterização acústica das soluções de 10%, 20% e 30% em massa de parafina. As velocidadesônicas nas soluções foram medidas através do método de interface por reflexão do sinal na superfície do flange inferior. As medições foram realizadas tanto para a propagação na solução na fase líquida quanto na fase sólida. Os dois banhos térmicos foram ajustados com a mesma temperatura para que o fluido estivesse com temperatura uniforme, a qual foi verificada percorrendo o termopar ao longo da célula de testes.

As Figura 6-10 à 6-12, mostram as velocidades de propagação do som medidas nas soluções de parafina com 10%, 20% e 30% em massa, respectivamente. Nestes casos, a parafina encontrava-se na fase líquida. Os dados de velocidade em cada temperatura foram obtidos através da média de 100 eventos capturados com intervalo de tempo de dois segundos. Observa-se para todos os casos que a velocidade sônica decresce com o aumento da temperatura, em

concordância com a literatura (Kamioka, 1994). Além disto, quanto maior a concentração de parafina em solução, maior a velocidade para uma mesma temperatura. Este fato é explicado pelo aumento da densidade da solução com o aumento da concentração de parafina. As Figura 6-13 e 6-14 apresentam os resultados das medidas de velocidade de propagação na solução parafínica na fase sólida.

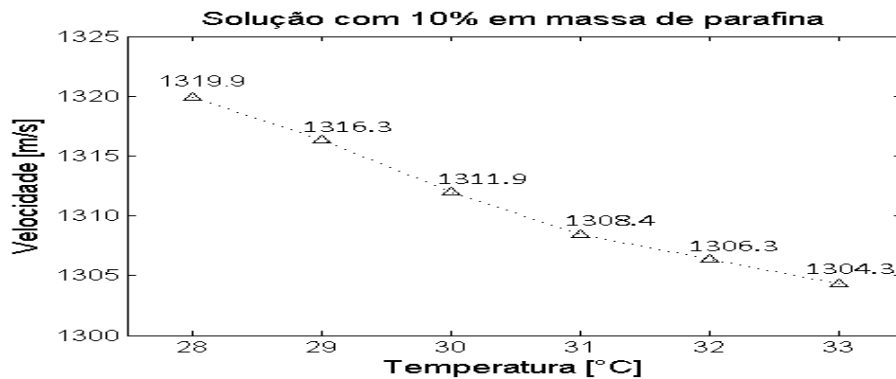


Figura 6-10 - Velocidade de propagação da onda sonora em função da temperatura para a solução de 10% em massa de parafina. Fase líquida.

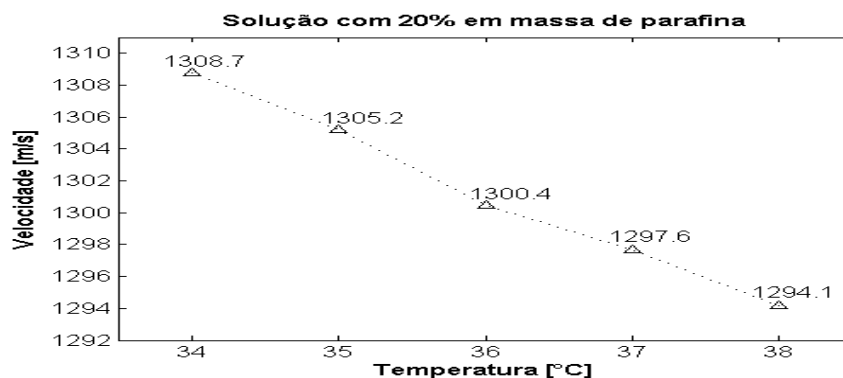


Figura 6-11 - Velocidade de propagação da onda sonora em função da temperatura para a solução de 20% em massa de parafina. Fase líquida.

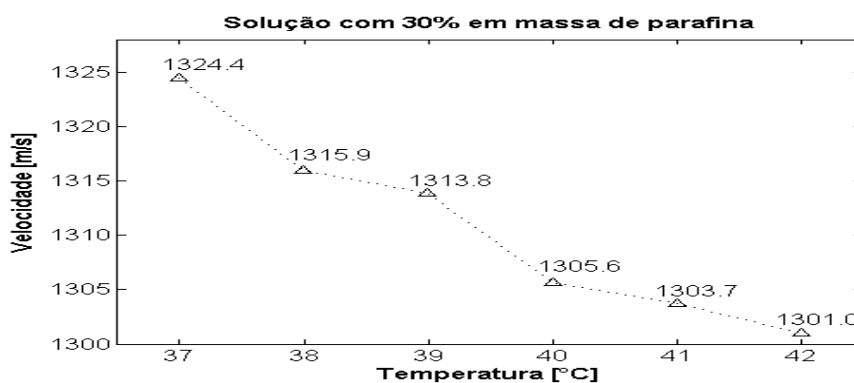


Figura 6-12 - Velocidade de propagação da onda sonora em função da temperatura para a solução de 30% em massa de parafina. Fase líquida.

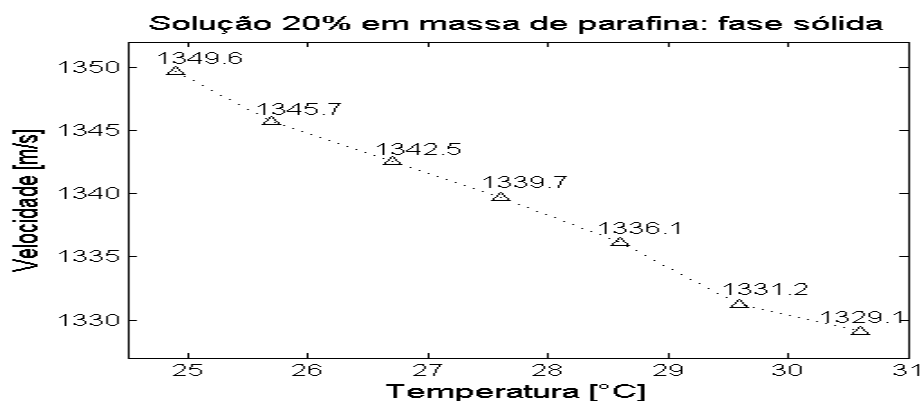


Figura 6-13 -Velocidade de propagação da onda sonora no depósito em função da temperatura para a solução de 20% em massa de parafina. Fase sólida.

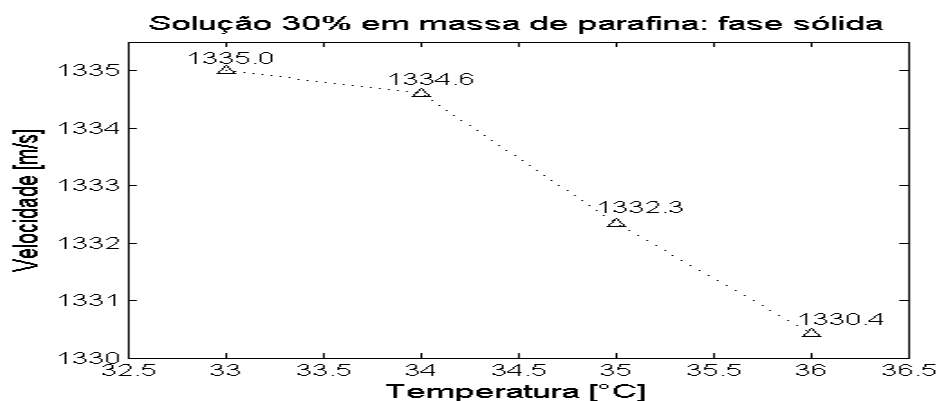


Figura 6-14- Velocidade de propagação da onda sonora no depósito em função da temperatura para a solução de 30% em massa de parafina. Fase sólida.

A incerteza associada à caracterização da velocidade de propagação da onda ultrassônica na solução de parafina foi estimada como 0,24% para um nível de confiabilidade de 95%. Detalhes dos cálculos desta e das demais incertezas do presente trabalho podem ser encontrados no Apêndice A.

6.3. Medição da Espessura do Depósito através da Detecção de Interface por Reflexão do Sinal

Conhecidas as características da velocidade sônica para as soluções de parafina na fase líquida apresentadas na seção anterior, nesta seção serão apresentados os resultados obtidos com a técnica de medição da espessura do depósito baseada na detecção da reflexão do sinal na interface solução-depósito durante o processo de resfriamento da solução.

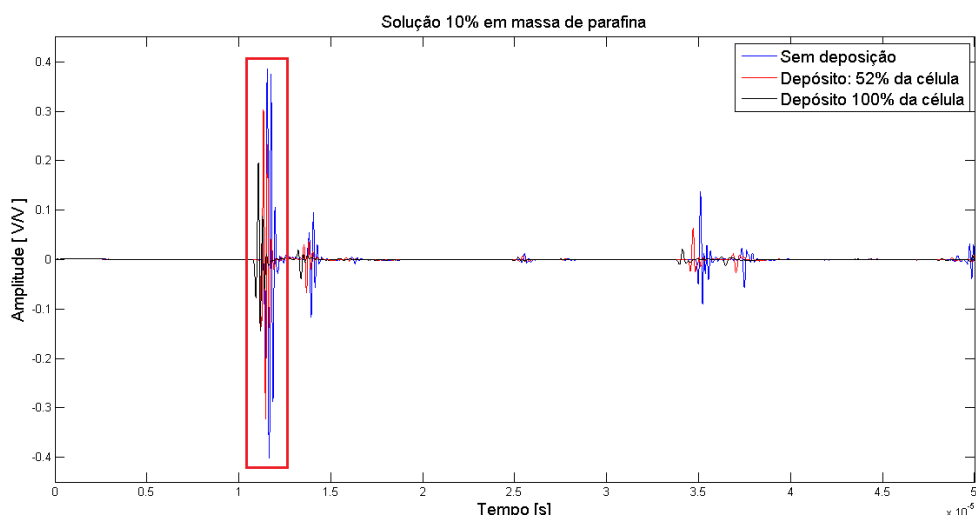


Figura 6-15 - Sinal sem e com depósito de 52% e 100% do tamanho da célula de testes para uma solução com concentração de 10% em massa de parafina.

Como pode ser observado na Figura 6-15, com o surgimento e crescimento do depósito, as reflexões começam a se antecipar no tempo, mas não ocorre o surgimento de uma “nova” reflexão relacionada à interface entre a solução líquida e o depósito. Mesmo o depósito ocupando de 52 a 100% do tamanho da célula de testes, ainda era imperceptível qualquer reflexão da interface criada, como pode ser visto na Figura 6-16, que é uma ampliação da janela em vermelho da Figura 6-15.

Na Figura 6-16, a linha vermelha corresponde ao sinal sônico para um depósito ocupando 52% do tamanho da célula, equivalente a uma espessura de 8,1 mm como mostrado na Figura 6-17, enquanto a linha preta corresponde a um depósito ocupando todo o espaço frente ao transdutor, equivalente a uma espessura de 15,5 mm mostrada na Figura 6-17. A linha azul na figura corresponde ao sinal obtido quando toda a cavidade está preenchida com solução líquida, isto é, quando não há depósito.

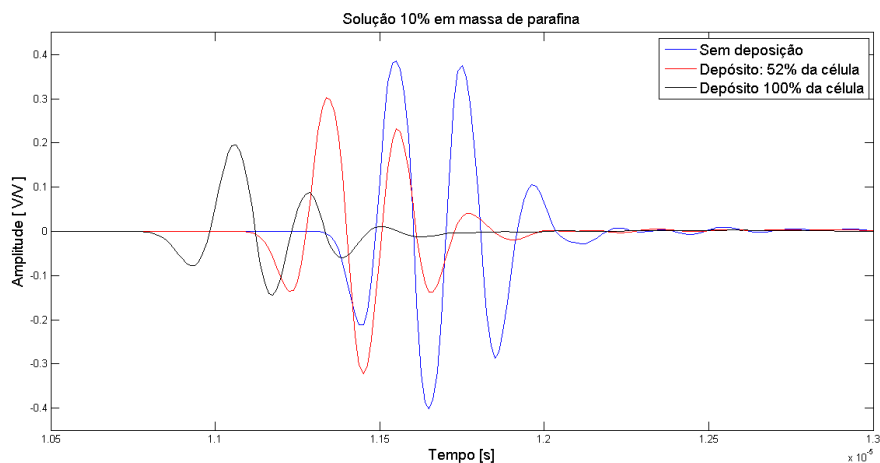


Figura 6-16 - Ampliação da janela da Figura 6-7.

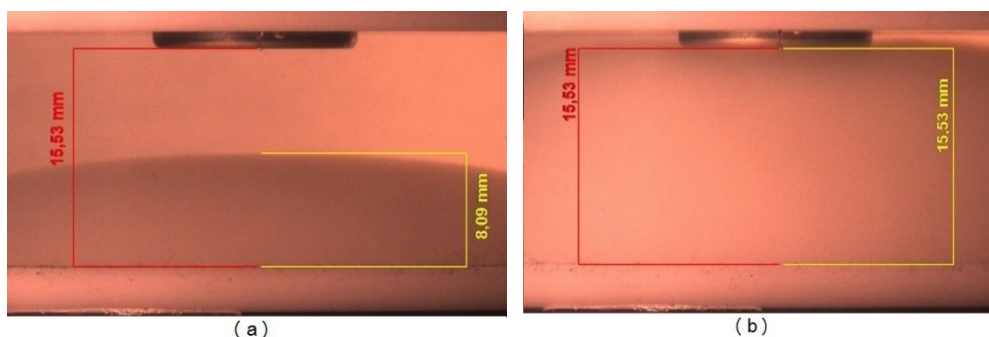


Figura 6-17 – (a) depósito ocupando 52% do tamanho da célula. (b) depósito ocupando 100% do tamanho da célula de testes

A reflexão do sinal ultrassônico na interface solução-depósito, que deveria surgir antes da reflexão correspondente à interface do depósito com o flange inferior, não é observada. Nota-se apenas a atenuação da amplitude do sinal e redução do tempo de propagação. Estes fenômenos foram também reportados por Lionetto et al. (2006) e Kamioka (1994). Mesmo com ganhos mais elevados na recepção do transdutor, dentro dos limites recomendados de utilização do sensor, esta reflexão não foi notada.

Resultados similares foram obtidos para as soluções com concentrações de 20 e 30% em massa de parafina (Figura 6-18 e Figura 6-19). Observa-se uma redução no tempo de propagação da onda, bem como uma atenuação. Porém, a interface entre as duas fases é imperceptível para o arranjo experimental apresentado.

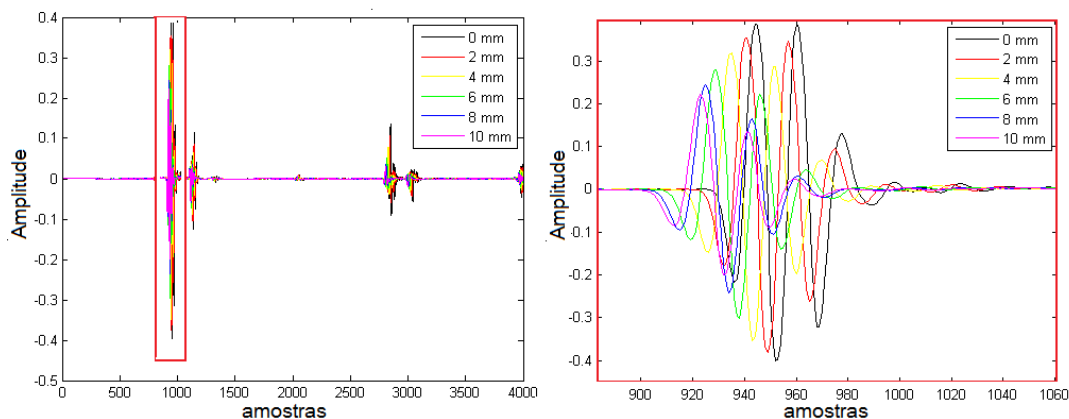


Figura 6-18 - Sinal sônico em solução de 20% em massa de parafina durante formação de depósito.

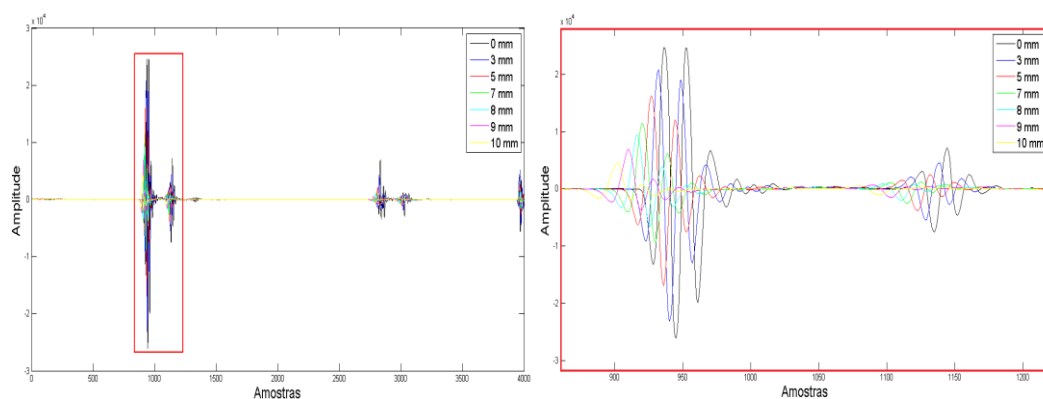


Figura 6-19 - Sinal sônico em solução de 30% em massa de parafina durante formação de depósito.

Nos experimentos realizados, a redução do tempo de propagação do sinal ultrassônico com o aumento do depósito pode ser explicada por duas razões: pela densidade do depósito ser maior que a da solução na fase líquida e também pelo depósito encontrar-se em uma temperatura inferior à da solução. As curvas de caracterização da velocidade das soluções mostraram que quando a temperatura é reduzida, aumenta-se a velocidade de propagação.

A não existência do eco relacionado à interface solução-depósito pode ser explicada pelo aumento gradativo da densidade do meio, não havendo mudança repentina da impedância acústica.

No experimento da solução de 30% em massa de parafina, para espessuras de depósito maiores que 10 mm (64% do espaço da célula à frente do transdutor), o segundo eco relacionado à reflexão na superfície do flange inferior é quase imperceptível, como pode ser observado na Figura 6-20. Como os testes eram

contínuos e os ajustes do ganho do sinal eram realizados no início do experimento, a possibilidade de se aumentar o ganho para contornar a atenuação do sinal saturava as amplitudes iniciais. A atenuação do sinal refletido com o crescimento do depósito pode ser explicada pela mescla de fases no depósito composto por cristais de parafina em um arranjo estocástico embebidos em líquido.

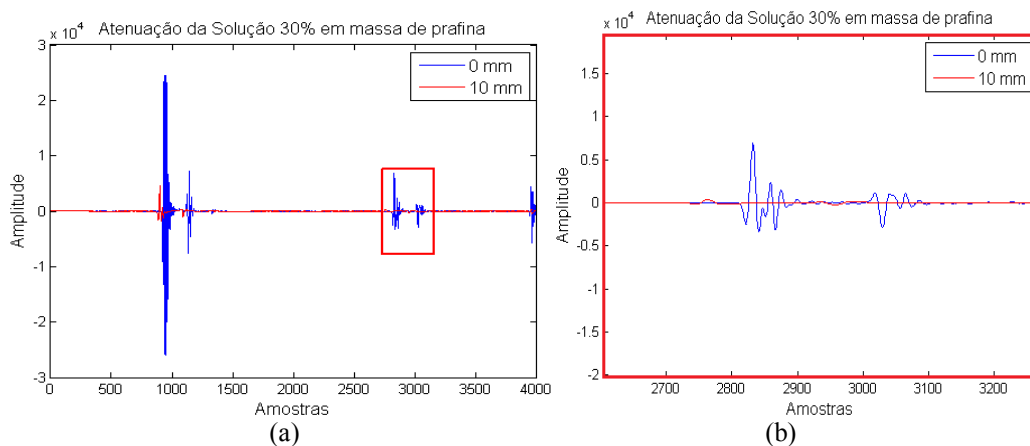


Figura 6-20 – (a) Atenuação do sinal na cavidade sem depósito (0 mm) e com 10 mm de depósito, para solução com 30% de parafina. (b) Ampliação da janela do sinal.

A inexistência do eco relacionado à interface solução-depósito no presente arranjo experimental inviabiliza o uso do método de medição da espessura do depósito através da detecção de interface por reflexão do sinal. Para a onda sônica, o meio não apresentava interface, mesmo quando composto por duas fases, por serem as impedâncias acústicas, da solução e do depósito muito próximas uma da outra.

6.4. Medição da Espessura de Depósito através do Tempo Combinado de Propagação nos Diferentes Meios

O cálculo do tempo combinado de propagação da onda sônica tem por objetivo estimar proporcionalmente o tempo de propagação tomado em cada fase, a partir do tempo total de propagação. Com este propósito, foram medidas as velocidades sônica de propagação para diferentes temperaturas na fase sólida,

abaixo da TIAC, e na fase líquida, acima da TIAC, conforme indicado nas Tabelas 6.2 e 6.3, respectivamente.

Tabela 6.2 - Velocidades de propagação na fase sólida para a solução de 30% em massa de parafina.

| T (°C) | c (m/s) |
|--------|---------|
| 33,0 | 1335 |
| 34,0 | 1335 |
| 35,0 | 1332 |
| 36,0 | 1330 |

Tabela 6.3 - Velocidades de propagação na fase líquida para a solução de 30% em massa de parafina.

| T (°C) | c (m/s) |
|--------|---------|
| 37,0 | 1324 |
| 38,0 | 1316 |
| 39,0 | 1314 |
| 40,0 | 1306 |

Com as velocidades de propagação referentes às temperaturas médias das fases líquida e sólidas, realizou-se o teste induzindo uma deposição crescente com o tempo. O crescimento do depósito foi acompanhado por uma câmera digital, de modo a fornecer uma base para comparação do método ultrassônico com o óptico. A Figura 6-21 apresenta uma imagem do depósito posicionado aproximadamente no meio da célula de testes.

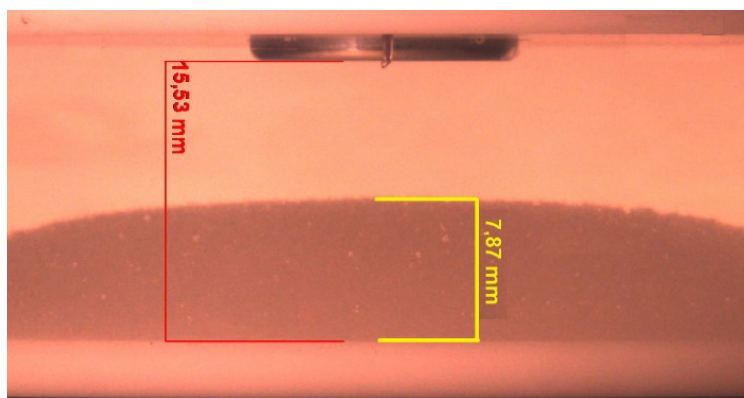


Figura 6-21 - Depósito de parafina com interface no meio da célula.

A Figura 6-22 mostra o sinal capturado e os dois ecos para cálculo do tempo de trânsito sônico. Como discutido na seção anterior, o eco referente à interface solução-depósito não é detectado no sinal.

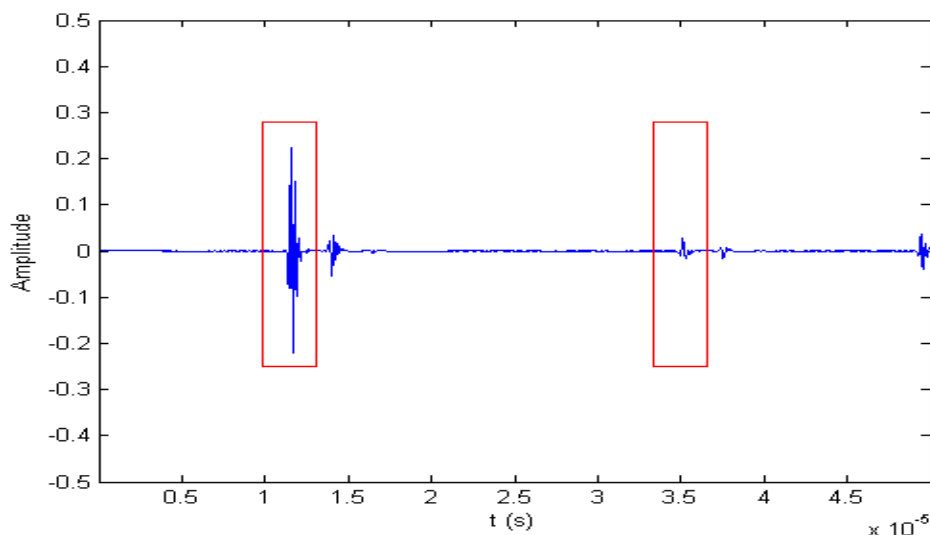


Figura 6-22 - Seleção de janelas no sinal capturado com a espessura no meio da câmara de testes.

O cálculo da espessura é feito, conforme mencionado na seção 5.2, ponderando os percursos sônicos nos meios através do tempo total de trânsito e das velocidades de propagação médias em cada meio (Tabelas 6.2 e 6.3). A eq. (6.1) reproduz a eq. (5.3) do Capítulo 5 do cálculo da espessura por meio do método ponderado.

$$S = \frac{\frac{\Delta t}{2} \cdot V_l \cdot V_s - V_s \cdot D}{V_l - V_s} \quad (6.1)$$

A Tabela 6.4 apresenta alguns resultados de medidas de espessura do depósito de parafina usando este método, comparando-as às espessuras medidas pelo método óptico. Salienta-se que as espessuras foram medidas na linha vertical na região central da célula de testes.

Tabela 6.4 - Espessuras do depósito medidas pelo método do tempo combinado comparadas às medidas pelo método óptico.

| Espessura Método Óptico | Espessura Método Tempo Combinado | Erro | Incerteza |
|-------------------------|----------------------------------|---------|-----------|
| 1,00 mm | 0,00 mm | 100,0 % | 186,5 % |
| 2,00 mm | 1,10 mm | -45,0 % | 114,7 % |
| 3,00 mm | 1,89 mm | -37,0 % | 91,2 % |
| 4,00 mm | 3,12 mm | -22,0 % | 62,2 % |
| 5,00 mm | 6,35 mm | 27,0 % | 34,8 % |
| 6,00 mm | 6,71 mm | 12,0 % | 33,3 % |
| 7,00 mm | 7,27 mm | 3,9 % | 31,3 % |
| 8,00 mm | 8,31 mm | 3,9 % | 28,3 % |
| 9,00 mm | 9,99 mm | 11,0 % | 25,0 % |
| 10,00 mm | 13,23 mm | 32,3 % | 24,9 % |

Como pode ser observado na Tabela 6.4, o erro na medição da espessura do depósito pelo método do tempo combinado é muito elevado para pequenos valores da espessura, quando comparados às espessuras medidas opticamente. Observa-se que aumentando a espessura do depósito diminuem-se os valores do erro relativo até próximo da região média da extensão da célula, após esta região, os erros aumentam com o aumento do depósito. Portanto, esse método apresentou resultados favoráveis apenas na região central da célula.

A estimativa da incerteza do método de tempo combinado, apresentada na Tabela 6.4 e descrita no Apêndice A, decresce com o aumento da espessura. Entretanto, mesmo para espessuras elevadas, observam-se incertezas maiores que 20%. Os cálculos de incerteza indicaram que a maior fonte de incerteza advém da proximidade dos valores das velocidades de propagação nas fases líquida e sólida.

6.5. Medição da Espessura de Depósito através da Atenuação da Amplitude do Eco

Repetidos testes, seguindo procedimentos experimentais identicamente controlados, mostraram que as amplitudes da Transformada de Fourier (FFT) do sinal janelado na região do eco referente à reflexão na superfície do flange inferior podem fornecer informações sobre a espessura do depósito.

A solução de 30% em massa de parafina revelou uma atenuação mais elevada que as soluções de 10% e 20% em massa de parafina. Nestas soluções com menores concentrações, a atenuação é menos perceptível, pois o depósito é menos denso. Não foi observada mudança da atenuação com o passar do tempo para uma mesma espessura de depósito podendo indicar que, para a configuração experimental estudada, não existe envelhecimento significativo do depósito.

As curvas construídas com o pico de amplitude da FFT do sinal janelado ao decorrer do experimento durante a formação do depósito mostraram uma atenuação repetitiva relacionando a espessura do depósito de parafina com a máxima amplitude da FFT, como mostrado na Figura 6-23.

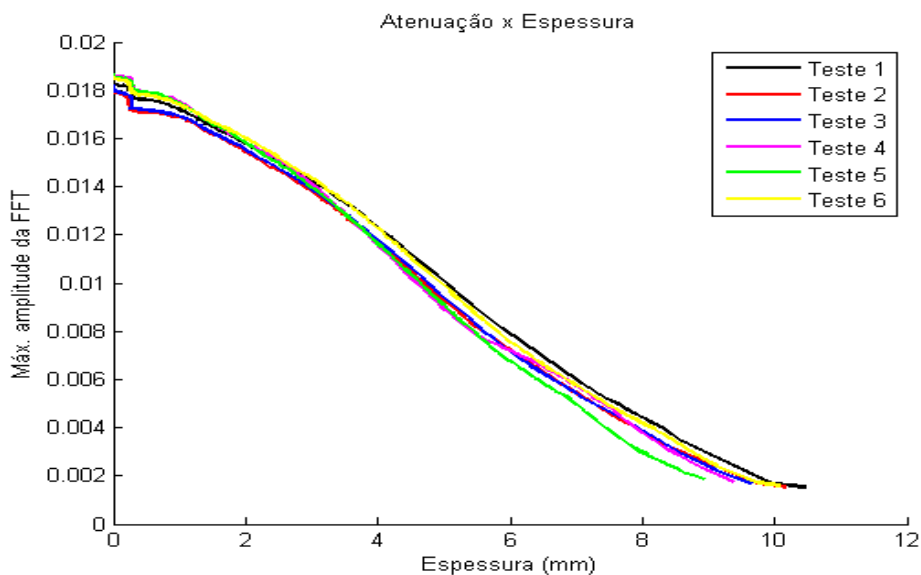


Figura 6-23 - Máximo da amplitude da FFT do sinal janelado em função da espessura do depósito para diferentes realizações de testes utilizando a solução de 30% em massa de parafina.

Comparando-se a atenuação do primeiro e do segundo ecos relativos à reflexão no flange inferior, observa-se que esta atenuação é mais acentuada na segunda reflexão da mesma interface, por esta passar duas vezes no depósito. Considerando que a segunda reflexão de onda surgiu do pulso inicial do transdutor, à medida que o depósito cresce a segunda reflexão é bem mais amortecida que a primeira, como mostra a Figura 6-24.

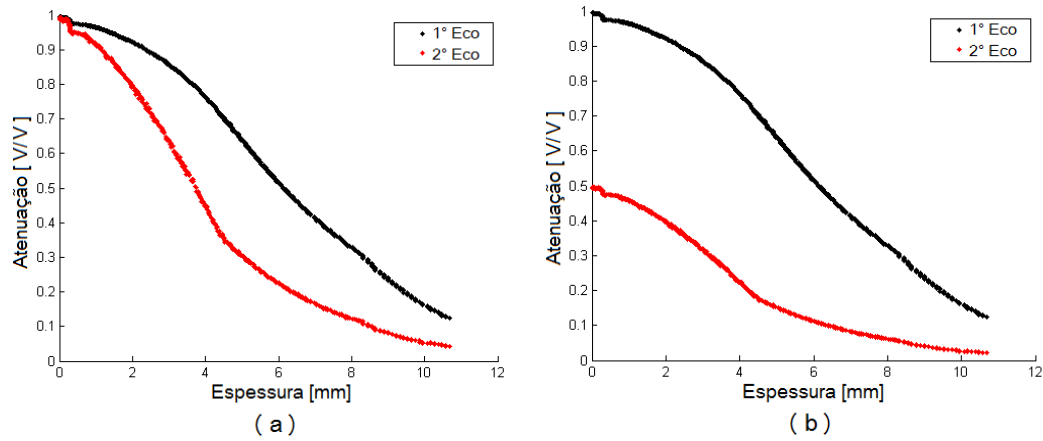


Figura 6-24 - Curva de atenuação das duas reflexões para o teste 1 com 30% de concentração de parafina em massa. (a) Valores normalizados pela amplitude da FFT do sinal janelado sem depósito e (b) amplitudes normalizadas do segundo eco divididas por dois.

Partindo-se do princípio que a curva de atenuação é repetitiva, uma curva de calibração relacionando amplitude do pico da Transformada de Fourier do primeiro eco com a espessura medida opticamente pode ser construída para estimar as espessuras de depósitos. Esta curva de calibração, construída a partir das curvas da Figura 6-23, pode ser observada na Figura 6-25 onde o eixo das ordenadas refere-se às espessuras e o das abscissas aos máximos da FFT do sinal janelado na região do primeiro eco. Nesta figura, os pontos referem-se às medidas experimentais, enquanto a curva contínua representa o ajuste realizado através destes pontos.

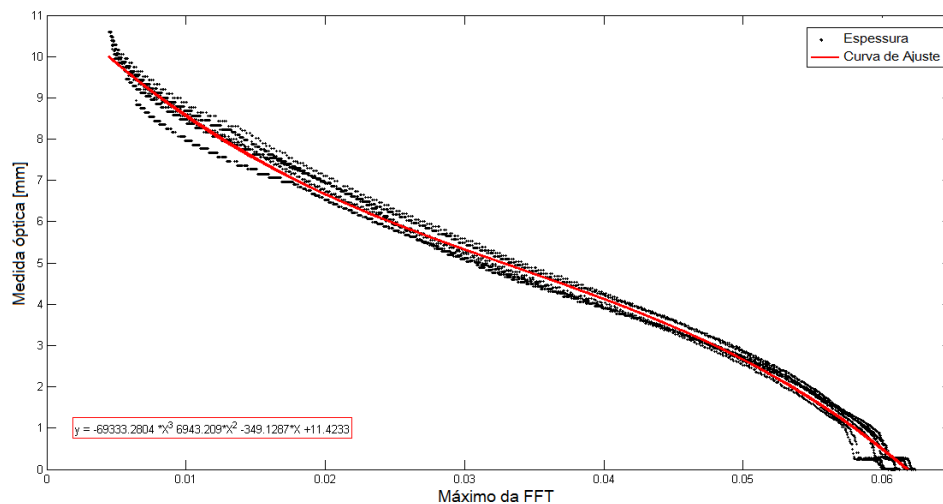


Figura 6-25 - Curva de ajuste da espessura em função do máximo da FFT do sinal janelado.

Para validar o método, um conjunto adicional de medidas ópticas da evolução da espessura do depósito foi obtido. Estes pontos adicionais não foram utilizados no ajuste da curva de calibração. Portanto, podem ser usados para fins de comparação. Os resultados desta comparação são apresentados na Figura 6-26, onde os pontos em vermelho representam as espessuras calculadas pela curva de ajuste do método proposto. Na Figura 6-26 pode-se perceber boa concordância da espessura medida com o método para espessuras acima de um milímetro, quando comparadas às espessuras ópticas de referência (reta preta). A divergência das medidas de espessura abaixo de um milímetro reflete o espalhamento dos pontos experimentais naquela região.

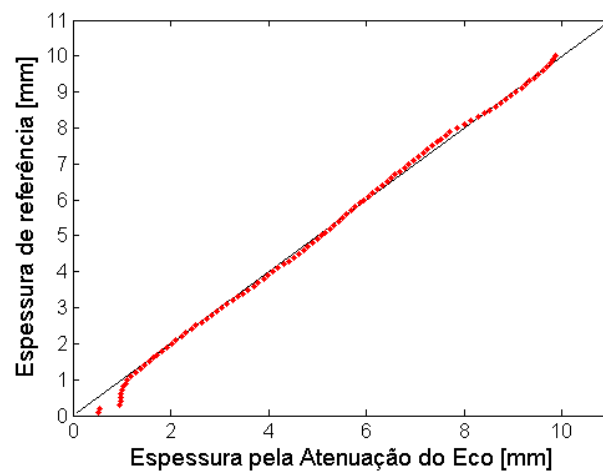


Figura 6-26 - Espessuras do depósito pela atenuação do eco comparadas às medidas ópticamente.

A Tabela 6.5 mostra alguns valores de espessura medidos pelo método do máximo da FFT do sinal janelado, seus erros relativos às espessuras medidas ópticamente e a estimativa da incerteza relativa deste método para um nível de confiabilidade de 95% (Apêndice A). Os erros no cálculo da espessura do depósito por este método são bem inferiores aos obtidos empregando o método do tempo combinado e decrescem com o aumento da espessura. Erros expressivos são encontrados para espessuras abaixo de 2 mm refletindo a mudança abrupta de atenuação do pico da FFT do sinal experimental janelado nesta região, conforme mostrado anteriormente na Figura 6-26. A incerteza experimental na utilização deste método é inferior a 10% para espessuras maiores que 3 mm.

Tabela 6.5 - Espessuras do depósito medidas pelo método do máximo da FFT do sinal janelado comparadas às medidas pelo método óptico.

| Espessura Método Óptico | Espessura pelo método FFT | Erro | Incerteza |
|-------------------------|---------------------------|-------|-----------|
| 1,00 mm | 1,11 mm | 11,3% | 38,5 % |
| 2,00 mm | 2,01 mm | 0,6% | 16,2 % |
| 3,00 mm | 3,05 mm | 1,7% | 10,8 % |
| 4,00 mm | 4,09 mm | 2,3% | 8,1 % |
| 5,00 mm | 5,08 mm | 1,7% | 6,6 % |
| 6,00 mm | 5,95 mm | -0,8% | 6,4 % |
| 7,00 mm | 6,87 mm | -1,9% | 6,2 % |
| 8,00 mm | 7,85 mm | -1,8% | 6,1 % |
| 9,00 mm | 9,05 mm | 0,6% | 5,4 % |
| 10,00 mm | 9,87 mm | -1,3% | 3,7 % |

Com os resultados obtidos nos experimentos do presente trabalho, conclui-se que a espessura do depósito de parafina para soluções de mais elevada concentração pode ser medida através do método da atenuação do pico da FFT do sinal janelado com incertezas aceitáveis.

6.6. Medição da Espessura de Depósito através do atraso do Eco

Este método baseia-se no atraso do eco da interface do flange inferior quando existe depósito, com relação à condição onde a solução está toda na fase líquida, sem depósito. Observou-se uma repetibilidade nestes atrasos para vários testes realizados. A Figura 6-27 mostra estes atrasos do pico do primeiro eco do sinal no decorrer de três experimentos durante a formação do depósito de parafina.

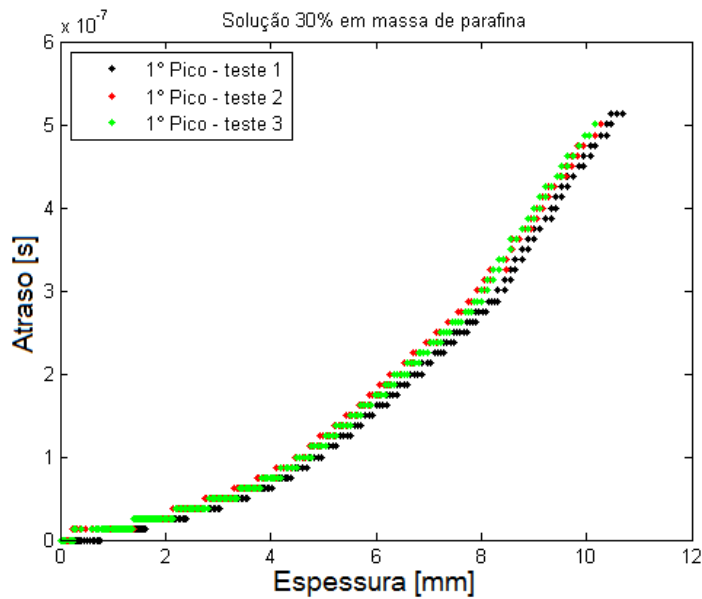


Figura 6-27 - Curvas de atraso do primeiro eco do sinal em relação à espessura do depósito.

Os atrasos dos dois ecos (Figura 6-28) das reflexões relacionadas à superfície do flange inferior, computados a partir do sinal sem a presença do depósito, para o teste 2 são mostrados na. Na Figura 6-29, o atraso do segundo eco foi dividido por dois, pois ele passa duas vezes pelo depósito. Observa-se que o atraso do segundo eco dividido por dois se sobrepôs ao atraso do primeiro eco.

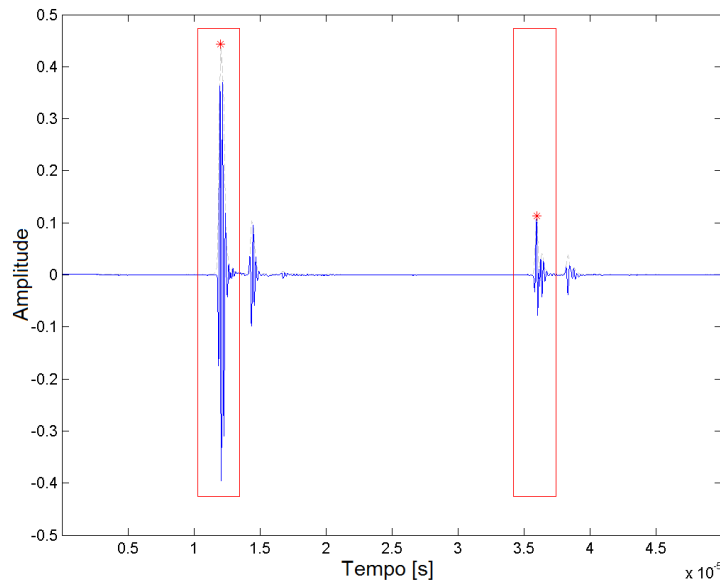


Figura 6-28 - Seleção dos dois ecos refletidos no flange inferior no sinal sônico para a solução com 30% em massa de parafina.

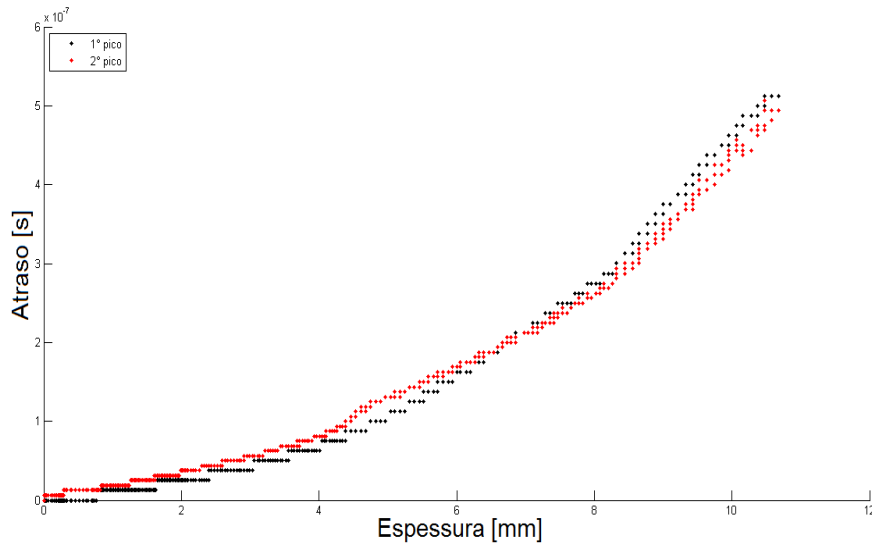


Figura 6-29 – Metade do atraso do 2º eco sobreposto ao atraso do 1º eco do sinal referente à Figura 6-28.

Partindo do princípio que a curva de atraso é repetitiva, uma curva de calibração relacionando o atraso do primeiro eco com a espessura medida opticamente pode ser construída para estimar as espessuras de depósitos de forma análoga ao método da atenuação do pico da FFT do sinal janelado. Esta curva de calibração, construída a partir das curvas da Figura 6-27 com seus eixos trocados, pode ser observada na Figura 6-30.

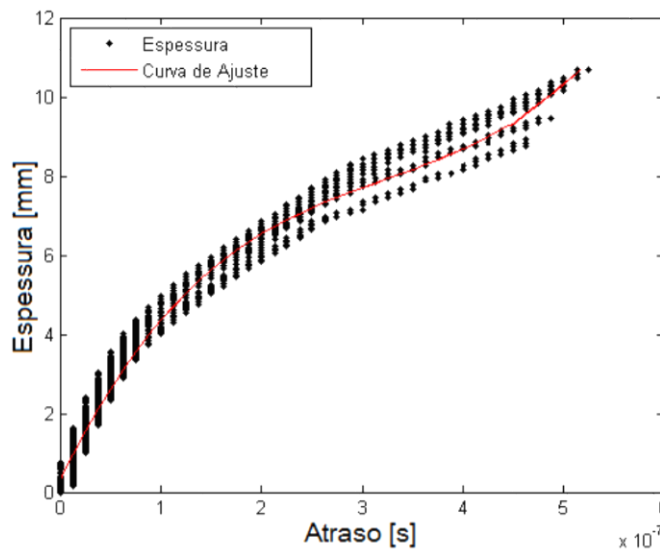


Figura 6-30 - Curva de ajuste do atraso no tempo em relação à espessura.

Como feito na seção anterior, utilizou-se um conjunto adicional de dados de medidas ópticas que não foi utilizado no cálculo da curva de ajuste para avaliar o

desempenho do método proposto. Na Figura 6-31 pode-se observar a comparação das medidas ópticas de referência (reta preta) com aquelas obtidas com o método proposto (pontos em vermelho). Os erros para as medidas feitas no início do depósito apresentam-se mais significativos, tal como no caso do método do máximo da FFT.

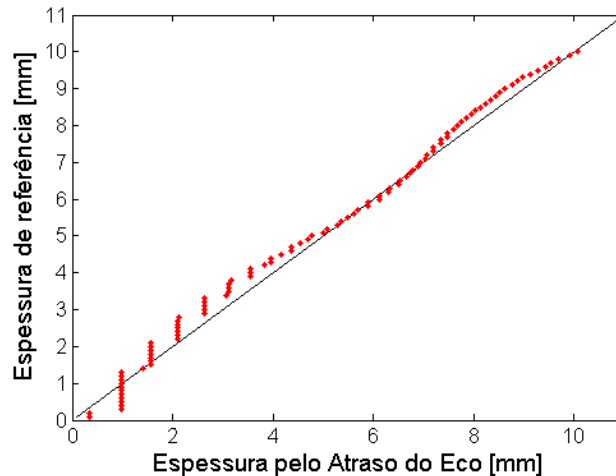


Figura 6-31 - Espessuras do depósito pelo atraso do eco comparadas às medidas opticamente.

A Tabela 6.6 apresenta os valores de espessura do depósito medidos pelo método do atraso do eco do sinal janelado, seus erros relativos às espessuras medidas opticamente e a estimativa da incerteza relativa deste método para um nível de confiabilidade de 95% (Apêndice A). Os erros no cálculo da espessura do depósito por este método são inferiores aos obtidos empregando o método do tempo combinado e maiores que o do método da atenuação. Estes erros decrescem com o aumento da espessura, assim como a incerteza experimental. Incertezas relativas inferiores a 10% são obtidas para espessuras maiores que 7 mm.

Tabela 6.6 - Espessuras do depósito medidas pelo método do atraso do eco comparadas às medidas pelo método óptico.

| Espessura de Referência | Espessura pelo método | Erro | Incerteza |
|-------------------------|-----------------------|--------|-----------|
| 1,00 mm | 0,97 mm | -3,2% | 86,5% |
| 2,00 mm | 1,56 mm | -22,0% | 43,2% |
| 3,00 mm | 2,63 mm | -12,4% | 24,4% |
| 4,00 mm | 3,55 mm | -11,1% | 18,3% |
| 5,00 mm | 4,78 mm | -4,3% | 14,5% |
| 6,00 mm | 6,12 mm | 1,9% | 12,6% |
| 7,00 mm | 6,94 mm | -0,8% | 10,3% |
| 8,00 mm | 7,66 mm | -4,2% | 8,8% |
| 9,00 mm | 8,63 mm | -4,2% | 7,9% |
| 10,00 mm | 10,07 mm | 0,7% | 7,1% |

Os resultados obtidos para este método, indicam que o atraso do primeiro eco do sinal durante o processo de deposição não apresentou melhores resultados que o método da seção anterior, mas que dentro de alguns limites de incerteza pode ser usado na avaliação do crescimento do depósito.

6.7. Discussões Gerais

A Figura 6-32 resume os resultados dos métodos propostos no presente trabalho. Nesta figura, os resultados referentes ao método da reflexão em interface não estão mostrados, pois não foi possível obter medidas de espessura do depósito com a referida técnica. Nota-se pela figura que a variação mais significativa dos erros relativos ocorre no emprego do método do tempo combinado. Este método apresenta erros aceitáveis apenas na medição de espessuras de depósito localizadas no centro do canal, para pequenas e grandes depósitos o erro é maior que 30%. O resultado para o método da atenuação do eco do sinal apresentou os menores erros relativos e as menores incertezas para as configurações do experimento, enquanto o método do atraso do eco obteve erros relativos melhores com relação ao do tempo combinado, entretanto maiores que os do método da atenuação.

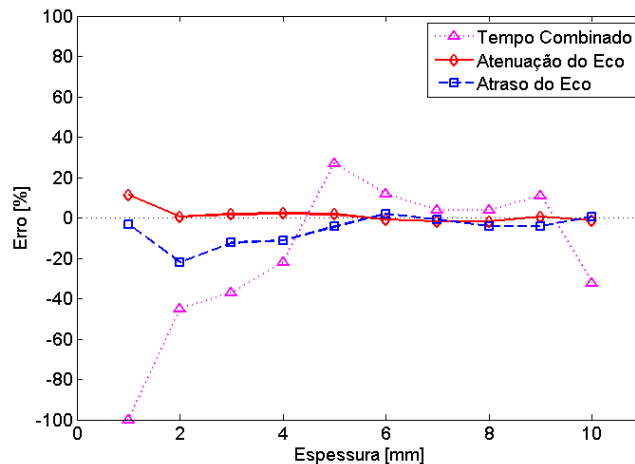


Figura 6-32 - Erro percentual dos métodos propostos com relação a medida de referência.

Salienta-se que os métodos propostos foram testados utilizando uma solução contendo parafina em experimentos com condições bem controladas. Embora, para outras condições, diferentes resultados possam ser obtidos, espera-se comportamento similar para outras configurações e soluções, incluindo amostras reais de óleo cru.

Nos experimentos descritos no presente trabalho utilizou-se de um único transdutor com frequência central de 5 MHz e não foram testadas outras frequências que, em tese, poderiam apresentar resultados diferentes inclusive para as mesmas soluções estudadas. Ressalta-se que, em outras condições, o método do atraso do eco tem potencial de gerar melhores resultado.

7 Conclusões

Neste capítulo, serão apresentadas as conclusões obtidas no presente trabalho sobre as metodologias implementadas para inferir a espessura do depósito de parafina por ferramenta ultrassônica baseadas nos resultados experimentais apresentados no capítulo anterior. Os métodos propostos, descritos neste trabalho, basearam-se na detecção da interface por reflexão do sinal na interface de interesse, no tempo combinado de propagação da onda nos diferentes meios da amostra, na atenuação da amplitude do eco, e no atraso do eco ao se propagar na fase sólida da parafina.

A metodologia empregada envolveu a construção de uma célula de testes contendo a solução parafínica. Através do controle das temperaturas das paredes da célula produziam-se depósitos com diferentes espessuras. Uma câmera digital capturava e media a evolução temporal dos depósitos. Estas informações ópticas foram utilizadas como referência para a avaliação do desempenho dos diferentes métodos ultrassônicos testados.

Antes da realização dos experimentos empregando diferentes métodos de medição de espessura de depósito, a seção de testes e o programa para cálculo da espessura foram validados. Realizaram-se experimentos utilizando água destilada preenchendo a célula de testes de dimensões conhecidas. Para o cálculo de tempo de trânsito da onda de ultrassom, o sinal foi janelado em regiões que correspondiam à reflexão nas interfaces de interesse e diferentes implementações baseadas na correlação cruzada foram testadas: máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada, cruzamento com zero da transformada de Hilbert da correlação cruzada e envoltória da correlação cruzada. Todas as implementações testadas apresentaram excelentes resultados para a água destilada em concordância com a literatura. O método matemático utilizando o pico da envoltória do sinal analítico da correlação cruzada apresentou menor erro, enquanto os erros mais elevados foram obtidos empregando-se o máximo do módulo da amplitude da correlação cruzada. Os resultados mostram a consistência do algoritmo desenvolvido neste estudo para

medir o tempo de propagação da onda sônica, e foram considerados suficientes para validar a seção de testes.

A caracterização acústica da solução de parafina foi realizada, uma vez que os dados de propagação da onda sônica específicos da solução em estudo não são encontrados na literatura. Os experimentos propostos utilizaram soluções de parafina purificada com concentrações de 10%, 20% e 30% em massa dissolvida em querosene. Os resultados dos experimentos obtidos através de métodos baseados no sinal sônico foram comparados com medições ópticas do depósito de parafina. Através de dois banhos térmicos, um mantido acima e outro abaixo da temperatura da TIAC, controlou-se o crescimento do depósito de parafina que era monitorado através de uma câmera.

Os resultados experimentais obtidos com a técnica de medição da espessura do depósito baseada na detecção da reflexão do sinal na interface solução-depósito, conhecidas as características da velocidade sônica para as soluções de parafina na fase líquida, não obteve êxito. A inexistência do eco relacionado à interface solução-depósito no presente arranjo experimental inviabilizou o uso deste método de medição de espessura. A não ocorrência do eco relacionado à esta interface pode ser explicada pelo aumento gradativo da densidade do meio, não havendo mudança repentina da impedância acústica, além do fato das impedâncias acústicas da solução e do depósito serem muito próximas uma da outra.

A utilização do segundo método de medição da espessura do depósito, baseado no tempo combinado de propagação da onda nos diferentes meios da amostra, mostrou elevados erros nos resultados experimentais do presente trabalho. O cálculo do tempo ponderado de propagação da onda sônica é estimado a partir da medição do tempo total de trânsito da onda, que se divide proporcionalmente através dos tempos de propagação na fase líquida, usando a velocidade correspondente à temperatura média baseada na caracterização da solução, e na fase sólida, usando a velocidade relativa à temperatura média no depósito. Como a diferença de velocidades de propagação na solução e no depósito era baixa, a incerteza foi elevada.

O método da atenuação da amplitude do eco baseia-se na relação verificada entre a redução das amplitudes da Transformada de Fourier (FFT) do sinal janelado na região do eco referente à reflexão do flange inferior com a espessura do depósito. A atenuação do sinal refletido com o crescimento do depósito pode ser explicada

pela não homogeneidade do depósito composto por cristais de parafina em um arranjo estocástico, sendo a atenuação mais elevada em soluções parafínicas mais concentradas. Como a curva de atenuação era repetitiva nos experimentos do presente trabalho, uma curva de calibração relacionando amplitude do pico da Transformada de Fourier do primeiro eco com a espessura medida opticamente pôde ser construída para estimar as espessuras de depósitos. Alguns testes experimentais foram utilizados para a construção desta curva de calibração enquanto outros foram usados na validação e verificação do erro para esta estimativa de espessura. Os maiores erros no uso desta metodologia foram observados nos pequenos valores de depósitos. Comparado com os outros métodos propostos, o método da atenuação da amplitude do eco apresentou a menor incerteza de medição da espessura do depósito neste trabalho e poderia ser utilizado como ferramenta para estimar a deposição de parafina. Como foram realizados apenas testes laboratoriais em uma configuração experimental muito específica, mais testes são necessários para validar a metodologia para uma possível aplicação na medição de espessura do depósito em linhas de transporte e produção de petróleo.

O último método proposto, baseado no atraso do eco da interface do flange inferior quando existe depósito, com relação à condição onde a solução está totalmente na fase líquida apresentou resultado apenas razoável. Observou-se uma repetibilidade nestes atrasos para vários testes realizados durante a formação do depósito de parafina. A redução do tempo de propagação do sinal ultrassônico com o aumento do depósito pode ser explicada por duas razões: pela densidade do depósito ser maior que a da solução na fase líquida e também pelo depósito encontrar-se em uma temperatura inferior à da solução. Uma curva de calibração relacionando o atraso do primeiro eco com a espessura medida opticamente pôde ser construída para estimar as espessuras de depósitos de forma análoga ao método da atenuação. Como feito no método da atenuação, utilizou-se um conjunto adicional de dados que não foi empregado no cálculo da curva de ajuste para avaliar o desempenho do método proposto. Os erros para as medidas feitas no início do depósito apresentaram-se mais significativos, tal como no caso do método do máximo da FFT. Embora o método do atraso do eco não tenha apresentado melhores resultados e tenha maior incerteza que o método da atenuação, ele pode ser utilizado como alternativa na avaliação do crescimento do depósito.

Como trabalho futuro, sugere-se a continuação dos estudos de medição de depósito de parafina através do método da atenuação do pico da FFT do sinal ultrassônico longitudinal janelado. Testes experimentais, ainda em escala de laboratório, poderiam ser conduzidos em seções de teste com geometria, materiais e soluções parafínicas mais próximos aos existentes em linhas de produção de petróleo com o intuito de validar a técnica para estudos em campo.

Outra sugestão seria a utilização de dois transdutores colineares opostos, sendo um emissor e o outro receptor da onda sônica. Nesta configuração, a onda passaria uma única vez na amostra diminuindo as perdas de energia acústica.

Como alternativa para medir a espessura por reflexão do sinal, sugere-se a utilização de um transdutor ultrassônico de onda transversal que talvez seja capaz de detectar a reflexão na interface solução-depósito com amplitude razoável para estimar a espessura. Neste caso, o arranjo seria composto por um transdutor na superfície externa da parede, de modo que a onda se propagasse passando primeiramente pela parede e em seguida no depósito de parafina até a interface com a fase líquida. Assim, espera-se obter uma incerteza significativamente mais baixa que as obtidas nos métodos de estimação de espessura do presente trabalho.

8 Referências Bibliográficas

ADAMOWSKI, J. C.; BUIOCHI, F.; FURUKAWA, C. M.; HIGUTI, R. T., Cap. 4 - **Caracterização de Líquidos por Ultra-som**. In: Sensores: Tecnologias e aplicações, v 1, pp.1-50. São Paulo, 2004.

ADAMOWSKI, J. C.; HIGUTI, R. T. **Ultrasonic Densitometer Using a Multiple Reflection Technique**. IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 49, no. 9, September, 2002.

ANDERSEN, M. I.; ISAKESEN O.; URDAHL, O. **Ultrasonic instrumentation for on-line monitoring of solid deposition in pipes**. SPE 37437. (1997).

ANGRISANI, L., DAPONTE, P., D'APUZZO, M., **The Detection of Echoes from Multilayer Structures using the Wavelet Transform**, IEEE Transactions Instrumentation and Measurement, vol. 49, no. 4, pp. 727–731, 2000.

AGÊNCIA NACIONAL DE PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS. **Anuário Estatístico Brasileiro do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis 2016**. Rio de Janeiro, 2016.

AZEVEDO, L. F. A.; TEXEIRA, A. M. **A critical review of the modeling of the wax deposition mechanisms**. Petroleum Science and Technology, Vol. 21, No.3 and 4, p. 393-408, 2003.

BARBOSA, Wellington Barbosa Júnior - **Obtenção de Dados de Solubilidade de Parafinas em n-Alcanos Leves por meio de Métodos Sintético e Analítico**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Química. UFRN. Natal/RN. 2003.

CABANILLAS, J. L. P. **Deposição de Parafina em Escoamento Laminar na Presença de Cristais em Suspensão**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica. PUC-Rio. Rio de Janeiro. 2006.

CABOT, R. **A note on the application of the Hilberttransformer to time-delay estimation**. IEEE Transactions on Acustics, Speech, and Signal Processing. vol. 29, no. 3, p. 607-609, 1981.

CAMINHA, H. M.; ALADIR, P. **Princípios de ultrassom**, Companhia Siderúrgica Nacional, 1978.

CHEEKE, J. D. N. **Fundamentals and Applications of Ultrasonic Waves**. Second Edition: CRCPress. 2002.

CHRISTIDIS, K.; GUNARATHNE, G. P. P. **Ultrasonic Feature Extraction Techniques for Characterization and Qualification of Scales in Petroleum Pipelines.** IEEE Ultrasonic Symposium, Vol. 1, p. 859-864. Sendai, Japan. 1998.

CREEK, J. L.; LUND, H. J.; BRILL, P. J.; VOLK, M. **Wax deposition in single phase flow.** Fluid Phase Equilibria, p. 158-160. 1999.

DE SOUZA, C. R., KHALIL, C. N. **Method for the Thermo-chemical Dewaxing Of Large Dimension Lines.** PETROBRAS. Patente N° 6003528. United States Patent. 1999

EDALATI, K., RASTKHAH, N., KERMANI, A., SEIEDI, M., MOVAFEGHI, A., **The use of radiography for thickness measurement and corrosion monitoring in pipes,** International Journal of Pressure Vessels and Piping, v. 83, p. 736-741, 2006.

FLEYFEL, F.; HERNANDEZ, O.; STURGIS, R.; MENG, W. **Evaluation of pipeline configurations with active heating for export of waxy crude oil.** In Proceedings of SPE Annual Technical Conference, SPE, 90054, Houston, 2004.

GRENBERG, A.; SANDELL, M. **Estimation of Subsample Time Delay Differences in Narrowband Ultrasonic Echoes Using the Hilbert Transform Correlation.** IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 41, no. 5, p. 588-595september 1994.

GUDMUNDSSON, J. S., DURGUT, T., RONNEVIG, J., KORSAN, K., CELIUS, H. K. **Pressure pulse analysis of gas lift wells,** ASME/API Gas Lift Workshop, 2001.

GUDMUNDSSON, J. S., DURGUT, T., RONNEVIG, J., KORSAN, K., CELIUS, H. K., **Pressure pulse analysis of flow in tubing and casing of gas lift wells,** ASME/API Gas Lift Workshop, 2002.

GUNARATHNE, G. P. P. **Methods and reliability issues in the detection of mineral deposits in petroleum pipelines.** The Intitution Eletrical Engeniers (IEE). (1996).

GUNARATHNE, G. P. P. M. **Measurement and Monitoring Techniques for Scale Deposits in Petroleum Pipeline.** IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference. (1997).

GURGEL, C. A. V.; DE QUEIROZ, G. B.; DOS SANTOS, E. L. C. F.; GALVÃO, M. L. M. **Impactos de Extração do Petróleo (Óleo e Gás) no Rio Grande do Norte, na Região do Alto do Rodrigues/RN.** Holos, ano 29, v. 3. Agosto de 2013.

HALSTENSEN, M.; ARVOH, B.K.; AMUNDSEN, L.; HOFFMANN, R.; **Online estimation of wax deposition thickness in single-phase sub-sea pipelines based on acoustic chemometrics: A feasibility study.** FUEL, v. 105, p.718-727, March 2013.

HALVORSEN, V. H.; LERVIK, J. K.; KLEVJER, G. **Hydrate and wax prevention of risers by electrical heating**. In Proceedings of 10th International Offshore and Polar Engineering Conference, 2000.

HASSAB, J. C.; BOUCHER, R. E. **Optimum Estimation of Time Delay by a Generalized Correlator**. IEEE Transactions on Acustics, Speech, and Signal Processing. vol. 27, no. 4, p. 373-380, 1981.

HIGUTI, R. T.; GALINDO, B. S.; KITANO, C.; BUIOCHI, F.; ADAMOWSKI J. C. **Thermal Characterization of an Ultrasonic Density Measurement Cell**. IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement 56(3): 924-930.

HIGUTI, R. T.; PRADO, V. T. **Implementação de Técnicas de Medição de Espessuras por Ultra-som Utilizando Plataforma de FPGA**. 9th Brazilian Conference on Dynamics, Control and their Applications, 2010.

HOFFMANN, R., AMUNDSEN, L., SCHÜLLER, R., **Online monitoring of wax deposition in sub-sea pipelines**, Measurement Science And Technology, v. 22, 2011.

HUANG, Z.; LEE, HS; SENRA, M., FOGLER, S. **A fundamental model of wax deposition in subsea oil pipelines**. AIChE J. 2011.

INMETRO. **Avaliação de Dados de Medição - Guia Para a Expressão de Incerteza de Medição-GUM**. 2008

KAMIOKA, Hiroaki. **Ultrasonic Behaviour of Paraffin Wax during Melting and Solidification Processes**. Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 33, pp. 2908-2912. (1994)

KINSLER, L. E.; FREY, A. R.; COPPENS, A.B.; SANDERS, V. J. **Fundamentals of Acoustics**. Fourth Edition. John Wiley & Sons, Inc. 2000.

LIONETTO, F., COLUCCIA, G., D'ANTONA, P., MAFFEZZOLI, ALFONSO. **Gelation of Waxy Crude Oils by Ultrasonic and Dynamic Mechanical Analysis**. Annual European Rheology Conference (AERC) held in Hersonisos, Crete, Greece, April 27-29, 2006.

MARIOLI, D.; NARDUZZI, C.; OFFELLI, C.; PETRI, D.; SARDINI, E.; TARONI, A. **Digital time-of-flight measurement for ultrasonic sensors**. IEEE – Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 41, no. 1, p. 93-97, 1992.

MARPLE, S. L. **Estimating Group Delay and Phase Delay via Discrete-Time “Analytic” Cross-Correlation**. IEEE Transactions on Signal Processing, vol. 47, no. 9, 1999.

MARTINHON, G. **Avaliação e determinação de Métodos de Estimação de Tempo do Atraso de Sinal de Ultra-Som**. 2007. 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica – Automação) – Faculdade de Engenharia da Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2007.

MOHAMMAD R.; ABDUL-SATTAR N.; OSMAN T.; BASIL O. A.; AYHAN D. **Determination of wax content in crude oil**. Petroleum Science and Technology. 34:9, 799-804, DOI: 10.1080/10916466.2016.1169287. Junho 2016.

NABEYAMA, G. N. D. **Detecção de Parafina por Instrumentação Ultrassônica**. 2015. 78p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica e Informática Industrial). Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba-PR.

OPPENHEIM, A. V.; SCHAFER, R. W. **Discrete-time signal processing**. 2. ed. Prentice Hall, Inc., 1999.

OLYMPUS. **Parametrics - Ultrasonic Transducers**. Olympus Scientific Solutions Americans Corp. 2014

PANAMETRICS. **Ultrasonic Transducers Technical Notes**. [S.l.], 2006.

PROAKS, J. G.; MONALAKS, D. G. **Digital Signal Processing: principles, algorithms and applications**. 3. ed. Prentice Hall, Inc., 1996.

ROCHA, N. O.; GONZÁLEZ, G; VAITSMAN, D. S. **Efeito do campo magnético na precipitação de parafinas**. Química Nova, 21(1), 1998.

ROMMETVEIT, T., **Development of non-invasive ultrasound inspection techniques through steel**, Doctoral Thesis, 2011, Norwegian University of Science and Technology.

SANTIN, J. L. **Ultrassom: Técnica e aplicação**. 2ª Edição. Artes gráficas e Editora Unificado, Curitiba, PR, 2003.

SONI, H. P.; KIRANBALA; BHARAMBE, D. P. **Performance-Based Designing of Wax Crystal Growth Inhibitors**. Energy and Fuels, 22:3930-3938, 2008

THOMAS, J. E., **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**, ed. Interciência Ltda, Rio de Janeiro, 1996.

WANG, Q.; SARICA, C.; XEN, T. X. **An experimental study on mechanics of wax removal in pipeline**. SPE, 71544, 2001.

WANG, L., XIE, B., ROKHLIN, S., **Determination of Embedded Layer Properties Using Adaptive Time-Frequency Domain Analysis**, The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 111, no. 6, pp. 2644–2653, 2002.

ZAMAN, M.; BJORNDALLEN, N.; ISLAM, M. R. **Detection of Precipitation in Pipelines**, Petroleum Science and Technology, 22:9-10, 1119-1141. DOI: 10.81/LFT-20003463. 2004.

Apêndice A – Incerteza das Medições

Este apêndice apresenta as estimativas das incertezas para as metodologias utilizadas no presente estudo: baseada na detecção da interface por reflexão do sinal na interface de interesse, no tempo combinado de propagação da onda nos diferentes meios da amostra, na atenuação da amplitude do eco, no atraso do eco ao se propagar na fase sólida da parafina, e opticamente. Para este propósito foi utilizado o Guia para a Expressão de Incerteza de Medição (INMETRO, 2008).

Toda medida tem sua incerteza associada, e esta define quantitativamente a qualidade das medições efetuadas. Quando se relata o resultado de medição de uma grandeza física deve-se sempre dar alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado, de forma que aqueles que o utilizam possam avaliar sua confiabilidade (INMETRO, 2008).

Para calcular a incerteza-padrão associada a uma medida é necessário verificar os mensurandos, dos quais se obtém as avaliações de incertezas. A incerteza-padrão de uma grandeza φ é obtida pela combinação apropriada das incertezas-padrão. Esta incerteza-padrão combinada δ_φ da grandeza φ é a raiz quadrada da variância combinada dada pela eq. (A.1), (INMETRO, 2008).

$$(\delta_\varphi)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \delta_{x_i} \right)^2 \quad (\text{A.1})$$

Onde $f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_N)$ é a função que determina φ e cada δ_{x_i} são as incertezas-padrão de cada um dos N mensurandos x_i . As derivadas parciais $\partial f / \partial x_i$ são por vezes chamadas de coeficientes de sensibilidade c_{x_i} .

As incertezas-padrão dos mensurandos δ_{x_i} são compostas por uma parte aleatória (incerteza-padrão tipo-A), relacionada à dispersão dos dados, e outra parte sistemática (incerteza-padrão tipo-B), relacionada ao instrumento de medição. A incerteza-padrão combinada do mensurando é dada pela raiz da soma quadrática de todas as partes que compõem a incerteza-padrão.

A incerteza-padrão tipo-A (${}_A\delta_{x_i}$) pode ser estimada por meio do desvio-padrão σ_{x_i} das n medições:

$${}_A\delta_{x_i} = \frac{\sigma_{x_i}}{\sqrt{n}} \quad (\text{A.2})$$

A incerteza-padrão tipo-B (${}_B\delta_{x_i}$) pode ser obtida pela resolução do instrumento de medição res_{x_i} , assumindo uma distribuição retangular:

$${}_B\delta_{x_i} = \frac{res_{x_i}}{\sqrt{12}} \quad (\text{A.3})$$

A incerteza expandida define um intervalo em torno do resultado de uma medição que abrange um percentual de todas as medidas que podem ser razoavelmente atribuídas ao mensurando. Esta incerteza é obtida multiplicando-se a incerteza-padrão combinada por um fator de abrangência associado ao nível de confiança deste intervalo.

O fator k de abrangência, cujo valor é tabelado, está relacionado ao grau de liberdade efetivo GL que pode ser obtido por meio da eq. (A.4). Esta equação combina os graus efetivos GL_i de cada um dos N mensurandos.

$$GL = \frac{\delta_\phi^4}{\sum_{i=1}^N \frac{\left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \delta_{x_i}\right)^4}{GL_i}} \quad (\text{A.4})$$

Com base nas equações acima serão apresentados a seguir os cálculos relativos às incertezas expandidas de cada mensurando medido no presente estudo considerando fatores de abrangências cujo nível de confiança seja de 95%.

A.1 Incerteza da Medição da Velocidade de Propagação

Para o cálculo da velocidade de propagação da onda ultrassônica na solução, o tempo e o espaço são os principais mensurandos e estão relacionados à frequência de aquisição do equipamento utilizado e à dimensão da célula de testes, respectivamente.

As velocidades de propagação da onda sônica nos meios estudados são definidas como:

$$c = \frac{2D}{\Delta t} \quad (\text{A.5})$$

Onde, c é a velocidade, D é a extensão da célula de testes e Δt refere-se ao tempo de propagação.

Segundo a eq. (A.1), a incerteza na medida de velocidades de propagação nos meios estudados pode ser estimada por:

$$(\delta_c)^2 = \left(\frac{\partial c}{\partial \Delta t} \delta_{\Delta t} \right)^2 + \left(\frac{\partial c}{\partial D} \delta_D \right)^2 \quad (\text{A.6})$$

As derivadas parciais, coeficientes de sensibilidade $c_{\Delta t}$ e c_D , são obtidas derivando-se a eq. (A.5):

$$c_{\Delta t} = \frac{\partial c}{\partial \Delta t} = -\frac{2D}{\Delta t^2} \quad (\text{A.7})$$

$$c_D = \frac{\partial c}{\partial D} = \frac{2}{\Delta t} \quad (\text{A.8})$$

Logo, a incerteza-padrão relativa nas medidas de velocidade de propagação pode ser estimada por:

$$\left(\frac{\delta_c}{c} \right)^2 = \left(\frac{\delta_D}{D} \right)^2 + \left(-\frac{\delta_{\Delta t}}{\Delta t} \right)^2 \quad (\text{A.9})$$

Onde δ_D é a incerteza-padrão combinada, mesclando tipo-A e tipo-B, do tamanho da célula de testes, medida com o paquímetro, e $\delta_{\Delta t}$ é a incerteza-padrão combinada do tempo de trânsito, estimada pela flutuação das medições.

As estimativas de incerteza relativa para as medidas de velocidades de propagação da onda sônica nas soluções com um nível de confiança de 95% são apresentadas nas Tabela A.1 a A.5.

Tabela A.1 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em água destilada.

| T (°C) | c (m/s) | δ_c/c (%) |
|--------|---------|------------------|
| 25,0 | 1499 | 0,24 |
| 30,0 | 1510 | 0,24 |
| 35,0 | 1521 | 0,24 |
| 40,0 | 1530 | 0,24 |
| 45,0 | 1537 | 0,24 |

Tabela A.2 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em solução com 10% em massa de parafina.

| T (°C) | c (m/s) | δ_c/c (%) |
|--------|---------|------------------|
| 28,0 | 1320 | 0,24 |
| 29,0 | 1316 | 0,24 |
| 30,0 | 1312 | 0,24 |
| 31,0 | 1308 | 0,24 |
| 32,0 | 1306 | 0,24 |
| 33,0 | 1304 | 0,24 |

Tabela A.3 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em solução com 20% em massa de parafina.

| T (°C) | c (m/s) | δ_c/c (%) |
|--------|---------|------------------|
| 34,0 | 1309 | 0,24 |
| 35,0 | 1305 | 0,24 |
| 36,0 | 1300 | 0,24 |
| 37,0 | 1298 | 0,24 |
| 38,0 | 1294 | 0,24 |

Tabela A.4 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica em solução com 30% em massa de parafina.

| T (°C) | c (m/s) | δ_c/c (%) |
|--------|---------|------------------|
| 37,0 | 1324 | 0,24 |
| 38,0 | 1316 | 0,24 |
| 39,0 | 1314 | 0,25 |
| 40,0 | 1306 | 0,24 |
| 41,0 | 1304 | 0,24 |
| 42,0 | 1301 | 0,24 |

Tabela A.5 - Incerteza relativa na medição de velocidade sônica no depósito em solução com 30% em massa de parafina.

| T (°C) | c (m/s) | δ_c/c (%) |
|--------|---------|------------------|
| 33,0 | 1346 | 0,24 |
| 34,0 | 1336 | 0,24 |
| 35,0 | 1330 | 0,24 |
| 36,0 | 1324 | 0,24 |

A.2

Incerteza da Espessura pelo Método de Reflexão do Sinal

A medida de espessura do depósito pela reflexão do sinal ultrassônico é calculada com a identificação da interface líquido-depósito. Este método de medição depende da velocidade de propagação na solução e do intervalo de tempo entre os ecos correspondentes à esta interface, conforme descrito na Seção 5.1.

Para o cálculo da espessura S do depósito, o tempo e a velocidade são os principais mensurandos e estão relacionados à frequência de aquisição do equipamento utilizado e às velocidades de propagação da onda na solução, respectivamente.

$$S = \frac{c \cdot \Delta t}{2} \quad (\text{A.10})$$

Onde S é a espessura do depósito, c a velocidade, e Δt é o tempo de reflexão da onda.

A incerteza na medida das espessuras do depósito pode ser calculada por:

$$(\delta_s)^2 = \left(\frac{\partial S}{\partial \Delta t} \delta_{\Delta t} \right)^2 + \left(\frac{\partial S}{\partial c} \delta_c \right)^2 \quad (\text{A.11})$$

$$c_{\Delta t} = \frac{\partial S}{\partial \Delta t} = \frac{c}{2} \quad (\text{A.12})$$

$$c_c = \frac{\partial S}{\partial c} = \frac{\Delta t}{2} \quad (\text{A.13})$$

Logo, a incerteza-padrão relativa nas medidas de espessura do depósito pode ser estimada por:

$$\left(\frac{\delta_s}{S} \right)^2 = \left(\frac{\delta_{\Delta t}}{\Delta t} \right)^2 + \left(\frac{\delta_c}{c} \right)^2 \quad (\text{A.14})$$

Onde δ_c é a incerteza-padrão combinada da velocidade na solução e $\delta_{\Delta t}$ a incerteza-padrão combinada do tempo de trânsito.

Como discutido no capítulo 6, o presente trabalho não foi capaz de medir a espessura do depósito em solução parafínica por meio da reflexão do sinal ultrassônico na interface solução-depósito. Com isto, a estimativa de incerteza relativa para a medição de espessura por este método foi realizada para o experimento de caracterização da seção de testes, no qual a célula de testes foi completamente preenchida com água destilada. Obteve-se uma incerteza relativa de 0,24% para um nível de confiança de 95%.

A.3 Incerteza da Espessura pelo Método de Tempo Combinado nos Diferentes Meios

A espessura do depósito pode ser estimada pelo tempo combinado na fase líquida e na fase sólida (Seção 5.2) obtidos indiretamente através da velocidade média na fase líquida (V_l), da velocidade média na fase sólida (V_s), do tempo total

de propagação da onda (Δt) e da extensão da célula de testes (D) conforme eq. (5.3), reproduzida aqui pela eq. (A.15).

$$S = \frac{\frac{\Delta t}{2} \cdot Vl \cdot Vs - Vs \cdot D}{Vl - Vs} \quad (\text{A.15})$$

O cálculo dos coeficientes de sensibilidade com relação ao tempo ($c_{\Delta t}$), ao espaço (c_L), à velocidade média na fase líquida (c_{Vl}) e à velocidade média na fase sólida (c_{Vs}) são mostrados abaixo:

$$c_{\Delta t} = \frac{\partial S}{\partial \Delta t} = \frac{Vs \cdot Vl}{2(Vl - Vs)} \quad (\text{A.16})$$

$$c_L = \frac{\partial S}{\partial L} = \frac{Vs}{Vl - Vs} \quad (\text{A.17})$$

$$c_{Vl} = \frac{\partial S}{\partial Vl} = \frac{-Vs(Vs \cdot \Delta t - 2 \cdot D)}{2(Vl - Vs)^2} \quad (\text{A.18})$$

$$c_{Vs} = \frac{\partial S}{\partial Vs} = \frac{Vl(Vl \cdot \Delta t - 2 \cdot D)}{2(Vl - Vs)^2} \quad (\text{A.19})$$

A incerteza relativa da medição de espessura pelo tempo combinado de propagação da onda sônica nos diferentes meios pode ser determinada pela eq. (A.20).

$$\left(\frac{\delta S}{S}\right)^2 = \left(\frac{Vl}{2(\Delta t \cdot Vl - D)} \delta \Delta t\right)^2 + \left(\frac{-Vs \cdot \Delta t - 2 \cdot D}{(2 \cdot \Delta t \cdot Vl - 2 \cdot D)(Vl - Vs)} \delta Vl\right)^2 + \dots \quad (\text{A.20})$$

$$\left(\frac{Vl(Vl \cdot \Delta t - 2 \cdot D)}{2 \cdot Vs(\Delta t \cdot Vl - D)(Vl - Vs)} \delta Vs\right)^2 + \left(\frac{-2}{(\Delta t \cdot Vl - D)} \delta D\right)^2$$

A Tabela A.6 mostra a variação da incerteza relativa da medição da espessura utilizando o método do tempo combinado nos diferentes meios com um nível de confiança de 95%.

Tabela A.6 - Incerteza relativa da espessura do depósito de parafina medida pelo método do tempo combinado nos diferentes meios.

| Espessura (mm) | δ_s/s (%) |
|----------------|------------------|
| 1,00 | 186,5 |
| 2,00 | 114,7 |
| 3,00 | 91,2 |
| 4,00 | 62,2 |
| 5,00 | 34,8 |
| 6,00 | 33,3 |
| 7,00 | 31,3 |
| 8,00 | 28,3 |
| 9,00 | 25,0 |
| 10,00 | 21,4 |

A.4

Incerteza da Espessura pelo Método da Atenuação da Amplitude do Eco

A espessura do depósito pode ser estimada por uma curva de ajuste elaborada a partir dos máximos da Transformada de Fourier (FFT) do sinal ultrassônico janelado na região do eco da superfície do flange inferior (Seção 5.3). Optou-se pela construção de uma curva de ajuste de terceiro grau relacionando a amplitude da FFT com a espessura medida opticamente, devido à melhor regressão dos dados em relação ao erro médio quadrático.

Os valores de espessura medidos pela curva de ajuste tiveram suas incertezas estimadas por meio da raiz do erro médio quadrático (σ_{curva}) para cada posição conforme eq. (A.21):

$$\sigma_{curva}(x) = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i(x) - y_i^*(x))^2} \quad (\text{A.21})$$

Onde y_i^* são os valores estimados pela curva de calibração, y_i são os valores medidos experimentalmente em cada posição x e n refere-se ao número de observações.

A Tabela A.7 mostra a variação da incerteza relativa da medição da espessura utilizando o método da atenuação para um nível de confiança de 95%.

Tabela A.7 - Incerteza relativa da espessura do depósito de parafina medida pelo método da atenuação da amplitude do eco.

| Espessura (mm) | δ_s/s (%) |
|----------------|------------------|
| 1,0 | 38,5 |
| 2,0 | 16,2 |
| 3,0 | 10,8 |
| 4,0 | 8,1 |
| 5,0 | 6,6 |
| 6,0 | 6,4 |
| 7,0 | 6,2 |
| 8,0 | 6,1 |
| 9,0 | 5,4 |
| 10,0 | 3,7 |

A.5

Incerteza da Espessura pelo Método do Atraso do Eco

A espessura do depósito pode também ser estimada por uma curva de ajuste obtida a partir do atraso do eco da superfície de flange inferior (Seção 5.4). De forma análoga ao exposto na seção anterior, adotou-se uma curva de ajuste de terceiro grau relacionando atraso com a espessura medida opticamente.

A incerteza deste método segue o mesmo procedimento da Seção A.4 e está relacionada com o erro médio quadrático da curva de ajuste. A Tabela A.8 mostra a variação da incerteza da medição da espessura utilizando o método do atraso do eco.

Tabela A.8 - Incerteza relativa da espessura de depósitos de parafina medida pelo método do atraso do eco.

| Espessura (mm) | δ_s/s (%) |
|----------------|------------------|
| 1,0 | 86,5 |
| 2,0 | 43,2 |
| 3,0 | 24,4 |
| 4,0 | 18,3 |
| 5,0 | 14,5 |
| 6,0 | 12,6 |
| 7,0 | 10,3 |
| 8,0 | 8,8 |
| 9,0 | 7,9 |
| 10,0 | 7,1 |

A.6 Incerteza da Espessura pelo Método Óptico

O cálculo da espessura do depósito pelo método óptico é realizado através de processamento das imagens adquiridas por uma câmera digital (Seção 5.5). As incertezas deste método estão associadas à conversão de *pixels* para milímetro e à implementação computacional de detecção da interface, conforme eq. (A.22).

$$S = \frac{S^p}{cal} \quad (\text{A.22})$$

Onde S^p é a espessura do depósito de parafina medida em *pixels*, e *cal* o fator de conversão em *pixel/mm*.

Os coeficientes de sensibilidades da eq. (A.22), dados pelas derivadas parciais, são:

$$c_{S^p} = \frac{\partial S}{\partial S^p} = \frac{1}{cal} \quad (\text{A.23})$$

$$c_{cal} = \frac{\partial S}{\partial cal} = -\frac{S^p}{cal^2} \quad (\text{A.24})$$

Conforme eq. (A.1), a incerteza-padrão combinada da espessura do depósito medida pelas imagens é dada de maneira relativa por:

$$\left(\frac{\delta_S}{S}\right)^2 = \left(\frac{\delta_{Sp}}{Sp}\right)^2 + \left(-\frac{\delta_{cal}}{cal}\right)^2 \quad (\text{A.25})$$

Na eq. (A.25), a incerteza-padrão δ_{cal} para o fator de conversão usado no presente trabalho $cal = N_{pixel}/\Delta x = 23,5 \text{ pixels/mm}$ foi calculada de acordo com a eq. (A.26).

$$\delta_{cal}^2 = \left(\frac{\partial cal}{\partial N_{pixel}} \delta N_{pixel}\right)^2 + \left(\frac{\partial cal}{\partial \Delta X} \delta \Delta X\right)^2 \quad (\text{A.26})$$

Onde N_{pixel} é o número de pixels correspondente a um comprimento ΔX em milímetros usado para calcular o fator de conversão.

A incerteza relativa para as espessuras de depósito de parafina estimadas através do método óptico para um nível de confiança de 95% é mostrada na Tabela A.9.

Tabela A.9 - Incerteza relativa das medidas de espessura pelo método óptico.

| Espessura (mm) | δ_S/S (%) |
|----------------|------------------|
| 1,0 | 42,59 |
| 2,0 | 21,34 |
| 3,0 | 11,47 |
| 4,0 | 6,61 |
| 5,0 | 3,81 |
| 6,0 | 3,31 |
| 7,0 | 2,97 |
| 8,0 | 2,72 |
| 9,0 | 2,54 |
| 10,0 | 2,41 |